Ver. 2.24

マイクロジェット・クライオトラップ

MODEL MJT-1035E

取扱説明書

フロンティア・ラボ 株式会社
FRONTIER LAB
www.frontier-lab.com

ご使用の前に

1. フロンティア・ラボ製マイクロジェット・クライオトラップをお買い上げ頂きまして、誠にありがとうございます。本装置の性能を十分に発揮させるために、ご使用前に本取扱説明書をお読みください。
2. この取扱説明書は、マイクロジェット・クライオトラップにおける一般的な事項、装置の操作、メインテナンス、故障診断、その他関連項目を記載しております。実際のご使用には、関連する弊社製品、ならびに各社の GC や GC/MS の取扱説明書も併せてご参照ください。

製品保証規定

フロンティア・ラボは、弊社製品の故障・不具合について、別紙の製品保証規定に従い保証します。製品保証規定は、弊社ホームページからもご覧いただけます。

製品のサポート期限

弊社製品の消耗部品、保守部品の供給ならびに点検・修理などのサポート期限は、原則として、製品の販売終了後 **7 年間**となっております。但し、部品の製造メーカーから購入している電子部品等については、これらのメーカーの製造中止後の対応ならびに弊社で確保した在庫の変動などにより製品の販売終了後 7 年以内であっても保守部品の供給ができなくなる場合があります。

安全な取り扱いについて

本製品を正しく安全に取り扱うため、本製品の操作にあたっては本書の安全注意事項を必ずお守りください。本書で指定していない方法で使用した場合は、本製品の保護機能が損なわれることがあります。なお、これらの注意に反した使用により生じた障害については、フロンティア･ラボ株式会社は一切の責任を負いかねます。

警告表示の分類

本取扱説明書および製品には、以下の警告や注意の表示(又はラベル)が貼付されています。これらの表示がある場合に誤った取り扱いをすると、身体および製品に重大な危険を生ずる可能性がある事を示しています。

警告や注意の表示は以下のように使い分けています。これらの表示の内容をよく理解し、指示を守ってください。

その他、取り扱い上重要な情報は [　　] で囲って表示します。

警告

この表示を無視して誤った取り扱いをすると、使用者が死亡又は重症を負う可能性があると思われる事項を示しています。

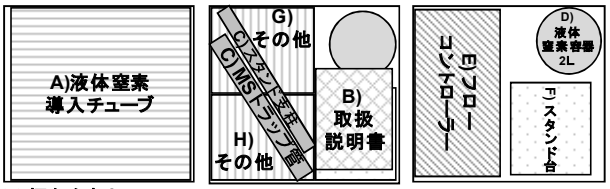
注意

この表示を無視して誤った取り扱いをすると、使用者が障害を負うことが想定される内容、および物的損害の発生が想定される事項を示しています。

マイクロジェット・クライオトラップ梱包内容物リスト

MJT-1035E 梱包内容物確認リスト

本製品のパッケージには、次のものが同梱されています。ご使用になる前に、すべて揃っていることをご確認下さい。 万一梱包内容物確認リストと中身が異なっていたり、欠品あるいは損傷があった場合は、お手数ですが弊社代理店又は弊社までご連絡下さい。



※ 梱包を真上から見た状態(一段目)　(二段目)　(三段目)

A) 梱包内容: ☐

A1) MJ1-1303

液体窒素導入チューブEx(1本)

B) 梱包内容: ☐

B1) PY1-7051

取扱説明書 CD ☐
設置手順書 ☐
性能保証書 ☐

C) 梱包内容: ☐

C1) MJ1-5501 ☐

MS トラップ管 (1本)

C2) MJ1-1514 ☐

スタンド支柱
(組立て式支柱、ワッシャーとネジ付き、1式)
＊卓上液体窒素容器セットの一部品

D) 梱包内容: ☐

D1) MJ1-1511

液体窒素容器 2L(1個)
＊卓上液体窒素容器セットの一部品

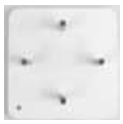
E) 梱包内容: ☐

E1)

フローコントローラー (1台)

F) 梱包内容: ☐

F1) MJ1-1513



スタンド台(1台)
＊卓上液体窒素容器セットの一部品

G) 梱包内容: ☐

G1) PY1-7023 ☐

ACコード (1本)

G2) MJ1-4201 ☐

MJT 制御ケーブル (1本)

G3) MJ1-4202 ☐

MJT 信号ケーブル (1本)

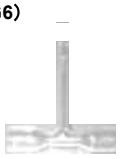
G4) MJ1-1515 ☐

ムッフ付クランプ (1個)
＊卓上液体窒素容器セットの一部品

G5) MJ1-1517 ☐

液面ゲージ(1本)
*卓上液体窒素容器セットの一部品

G6) ☐



マイクロジェットチューブ (2個)
(Re-order : MJ1-1111、1個)

G7) MJ1-1121 ☐

氷結防止金具 (2個)

H) 梱包内容: ☐

取付けキット (次のうちいずれかのキットが含まれています)

- ☐ H1) MJ1-K780: MJT-1035E Agilent7890/6890用取付けキット(1式)
- ☐ H1) MJ1-K211: MJT-1035E 島津GC17A/2010用取付けキット(1式)
- ☐ H1) MJ1-K911: MJT-1035E Thermo TRACE GC Ultra用取付けキット(1式)
- ☐ H1) MJ1-K913: MJT-1035E Thermo TRACE 1300/1310GC用取付けキット(1式)
- ☐ H1) MJ1-K381: MJT-1035E Varian CP3800GC/450用取付けキット(1式)
- ☐ H1) MJ1-K811: MJT-1035E PerkinElmer Clarus GC用取付けキット(1式)

H3) MJ1-4211 ☐

ショートプラグ (1個)

H4) MJ1-1512 ☐

液体窒素容器蓋 2L (1個)

H5) MJ1-1305 ☐

熱交換コイル 2L
(1個)

H2) MJ1-K300:マイクロジェットチューブ固定キット (1式)

☐ グラファイトフェラル (2個)
(Re-order MJ1-7941、5個入り)

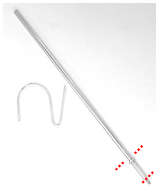
☐ マイクロジェットチューブ ユニオンセット
(袋ナット、固定ナット付き、1式)
(Re-order MJ1-3101)

MJT-1035E Agilent6890/7890 用取付けキット
P/N : MJ1-K780

MJ1-1201 ☐

液体窒素導入チューブ固定板 （1式）
- ☐ 固定板、1個
- ☐ M4 x 8セムスネジ、4個
- ☐ MJTオーリング(P-5)、4個
  （液体窒素導入チューブ固定板装着）
  （Re-order:PY1-7814、20個入り）

MJ1-3502 ☐



チューブハンガー （1組）

MJ1-4311 ☐

GCリモート信号ケーブルA （1本）
（リモート信号接続コネクター付）

MJ1-4301 ☐

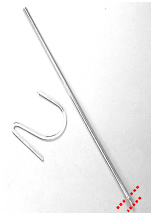
オートサンプラー接続ケーブルG (1本)
（汎用接続ケーブル、末端未処理）

MJT-1035E 島津 GC-17A/2010 用取付けキット
P/N : MJ1-K211

MJ1-1204 ☐

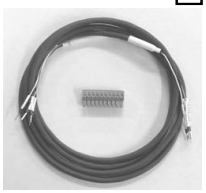
液体窒素導入チューブ固定板 （1式）
- ☐ 固定板、1個
- ☐ M4 x 12セムスネジ、4個
- ☐ オーリング(P-5)、4個
  （液体窒素導入チューブ固定板装着）
  （Re-order:PY1-7814、20個入り）

MJ1-3501 ☐



チューブハンガー （1組）

MJ1-4312 ☐



GCリモート信号ケーブルS （1本）
（リモート信号接続コネクター付）

MJ1-4301 ☐

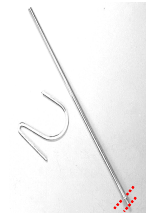
オートサンプラー接続ケーブルG (1本)
（汎用接続ケーブル、末端未処理）

MJT-1035E サーモフィッシャーTRACE GC Ultra 用取付けキット
P/N : MJ1-K911

MJ1-1207 ☐

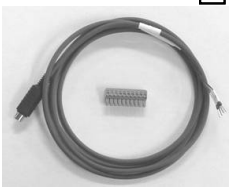
液体窒素導入チューブ固定板 （1式）
- ☐ 固定板、1個
- ☐ M4 x 8セムスネジ、4個
- ☐ MJTオーリング(P-5)、4個
  （液体窒素導入チューブ固定板装着）
  （Re-order:PY1-7814、20個入り）

MJ1-3501 ☐



チューブハンガー （1組）

MJ1-4314 ☐



GCリモート信号ケーブルT (1本)
（リモート信号接続コネクター付き）

MJ1-4301 ☐

オートサンプラー接続ケーブルG (1本)
（汎用接続ケーブル、末端未処理）

MJT-1035E サーモフィッシャーTRACE 1300/1310GC 用取付けキット
P/N : MJ1-K913

MJ1-1218 ☐

液体窒素導入チューブ固定板（1式）

- ☐ 固定板、1個
- ☐ M4 x 8セムスネジ、2個
- ☐ MJTオーリング(P-5)、4個
  （液体窒素導入チューブ固定板装着）
  （Re-order:PY1-7814、20個入り）

MJ1-4314 ☐

GCリモート信号ケーブルT（1本）

MJ1-4301 ☐

オートサンプラー
接続ケーブルG（1本）
（汎用接続ケーブル、末端未処理）

MJT-1035E パーキンエルマーClarus GC 用取付けキット	1 式	MJ1-K801（1 式）
- 液体窒素導入チューブ固定板（セムスネジ 4 個付）		MJ1-1209（1 式）
- チューブハンガー		MJ1-3501（1 組）
- GC リモート信号ケーブル S&P		MJ1-4312（1 本）
MJT-1035E バリアン CP3800 用取付けキット	1 式	MJ1-K381（1 式）
-液体窒素導入チューブ固定板（セムスネジ 4 個付）		MJ1-1209（1 式）
- チューブハンガー		MJ1-3501（1 組）
- GC リモート信号ケーブル V		MJ1-4315（1 本）
MJT オーリング（P-5）セット（F1 共通部品、4 個入り）	1 式	PY1-7814（20 個入り）

目次

ご使用の前に A-2
製品保証規定 A-2
製品のサポート期限 A-2
安全な取り扱いについて A-2
梱包内容物リスト A-3
目次 A-6
第 1 章　マイクロジェット・クライオトラップについて 1-1
1.1 製品の概略 1-1
1.2 動作原理 1-1
第 2 章　仕様 2-1
第 3 章　据付け 3-1
3.1 据え付け前の準備 3-1
3.2 液体窒素導入チューブ固定板の設置 3-2
3.3 コントローラーと液体窒素容器の設置 3-6
3.4 液体窒素導入チューブの取り付け 3-7
3.5 マイクロジェットチューブの取り付け 3-9
3.6 配管およびケーブルの接続 3-11
3.7 温度表示の確認と補正 3-16
3.8 スタンドの設置 3-19
3.9 カラムの取り付け 3-19
3.10 熱交換コイルの液体窒素容器への挿入 3-20
3.11 液体窒素導入チューブの取り外し 3-21
第 4 章　操作方法 4-1
4.1 熱交換コイルの取り扱い 4-1
4.2 窒素ガス供給圧力の設定 4-1
4.3 キースイッチとモードスイッチ 4-2
4.4 マニュアルモードでの操作 4-3
4.5 GC 及び試料導入装置と連携して自動分析を行う場合 4-4
4.6 パイロライザーと一緒に使用する場合 4-7
4.7 キースイッチの機能と表示 4-7
第 5 章 性能確認 5-1
5.1 流量の確認 5-1
5.2 冷却温度の確認 5-1
5.3 トラップ効果の確認 5-1
第 6 章 不具合対策 6-1
第 7 章 交換部品表 7-1
第 8 章 技術情報 8-1
8.1 GC 及び試料導入装置との接続 8-1
8.2 AUTO EXT モードにおける制御フローチャート 8-4
8.3 タイマーの働き 8-5
8.4 ファームウェアの書き換え方法 8-6
8.5 ディップスイッチ 8-7

第1章 マイクロジェット・クライオトラップについて

1.1 製品の概要

キャピラリーガスクロマトグラフィーにおいて、希薄な成分を含むガス試料や、高分子試料を数分から数十分にわたり加熱した時に発生するガスを分離カラムに導入する場合には、非常に長いバンドで試料成分が分離カラムに導入されるために、これらの成分を分離カラム先端部でトラップし、短いバンドにフォーカシングすることはピークの分離を向上させるために有効な手法です。この目的のために、従来様々な方法が用いられてきましたが、冷媒の使用量の多さ、冷却温度の不十分さや自動化の困難さといった様々な問題がありました。これらの諸問題を解決するために 1999 年に従来にない全く新しい方法に基づく冷却トラップ装置「マイクロジェット・クライオトラップ」（MJT-1030E）を開発し販売を開始しました。MJT-1030E は、分離カラムの一部分を冷却するために、少量の冷媒で-190ºC 付近までの冷却が達成でき、ブタン（n-C4）程度の沸点の成分もトラップすることを可能にした装置です。更に 2010 年には MJT-1030E の基本性能を保ちつつ窒素ガスの消費量を 30%削減する改良を行い MJT-1030Ex を発表しました。本装置（MJT-1035E）はこれら従来モデルの基本性能を確保するとともに、温度モニター機能と冷却制御機能を有しており、GC ならびに各種の試料導入装置（ヘッドスペースサンプラー、パージアンドトラップサンプラーなど）と連携して自動分析を可能としたモデルです。従来通り弊社のマルチショット・パイロライザー（EGA/PY-3030D）またはダブルショット・パイロライザー(PY-2020iD）との組み合わせにより、高分子材料の熱脱着法または昇温熱分解法による自動分析も可能です。

1.2 動作原理

本装置の流路図を Fig. 1.2.1 に示します。液体窒素に浸漬した熱交換コイルで、コントローラーにより流量制御された乾燥窒素ガスを液化させ、それを GC 恒温槽内に取り付けた分離カラムの先端局部に、ジェット流として吹き付けて急冷します。この状態でカラムに試料が導入され、それらがこの冷却部でトラップされます。コントローラー内部の流路図を Fig. 1.2.2 に示します。コントローラーに入った窒素ガスは、ストップコックを通り、リストリクターとマスコントローラーで流量制御されます。リストリクターは、液体窒素導入管が水分の氷結による閉塞を防ぐために、電磁弁の開閉に関係無く常に約 10 mL/min の窒素ガスを流します。電磁弁はマスコントローラーからの窒素ガスの ON／OFF を制御し、ON の時に冷却が行われます。マスコントローラーにより窒素ガス流量を、必要な冷却温度が得られる流量に調整します。また、液体窒素導入管が閉塞した時に急激な圧力上昇を防ぐために、コントローラーの出口付近には安全弁を備えています。冷却時とその後の試料成分の熱脱着時の模式図を Fig. 1.2.3 に示します。電磁弁を閉じ窒素ガスを停止させることで GC 恒温槽内の加熱空気（例えば 40ºC）が Fig. 1.2.3B に示すように通過し、トラップされた成分は、約 10 ºC/sec 以上で急速熱脱着されます。また、分離カラムを氷結防止金具を装着したマイクロジェットチューブ内で冷却することにより、冷却時には空気中の水分の冷却部分への接触を遮ります。これにより、カラムへの氷結を防止し、高温多湿の環境でも使用可能です（Fig. 1.2.3A）。

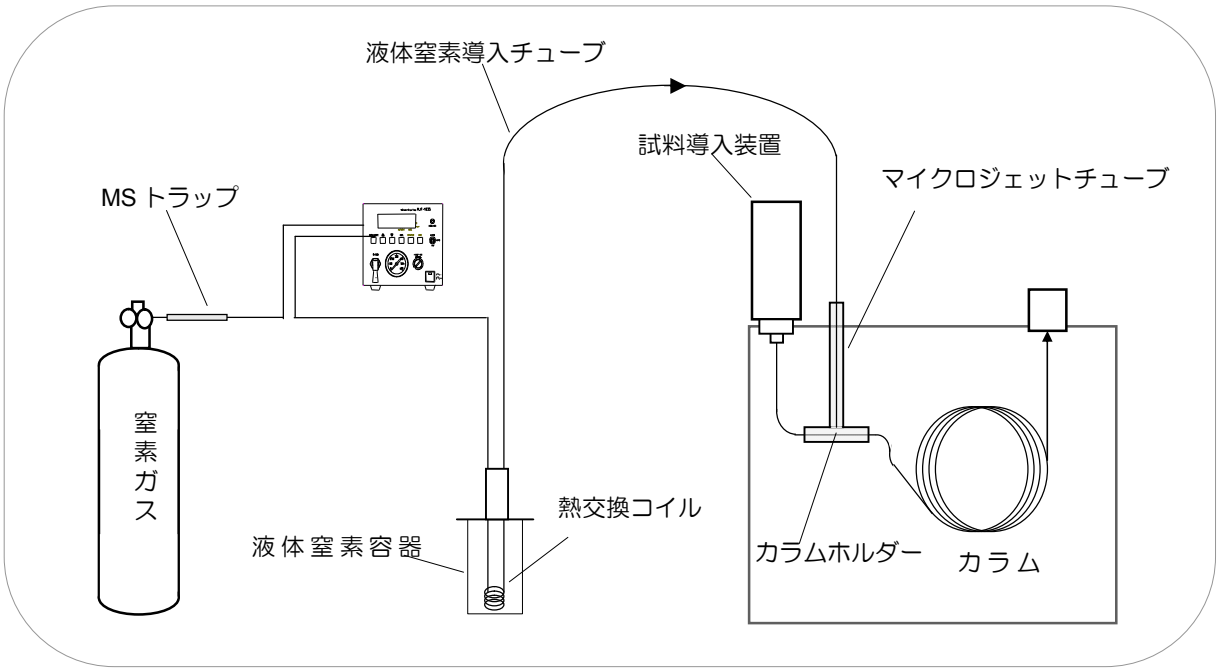


Fig. 1.2.1 MJT-1035E のガス流路図

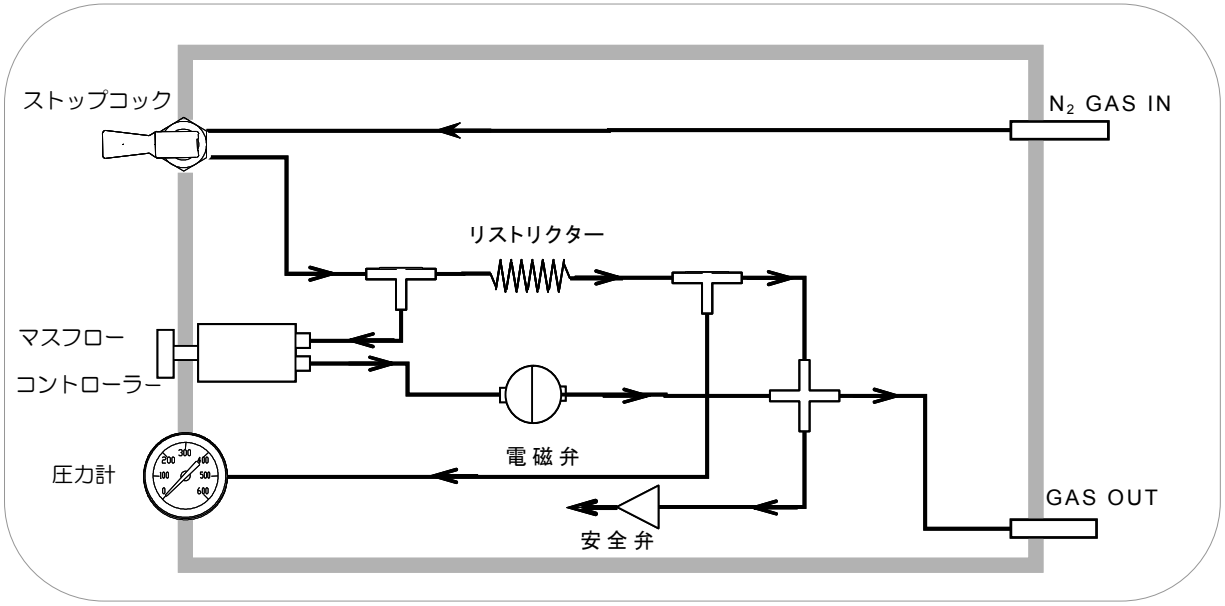


Fig. 1.2.2 コントローラー内部のガス流路

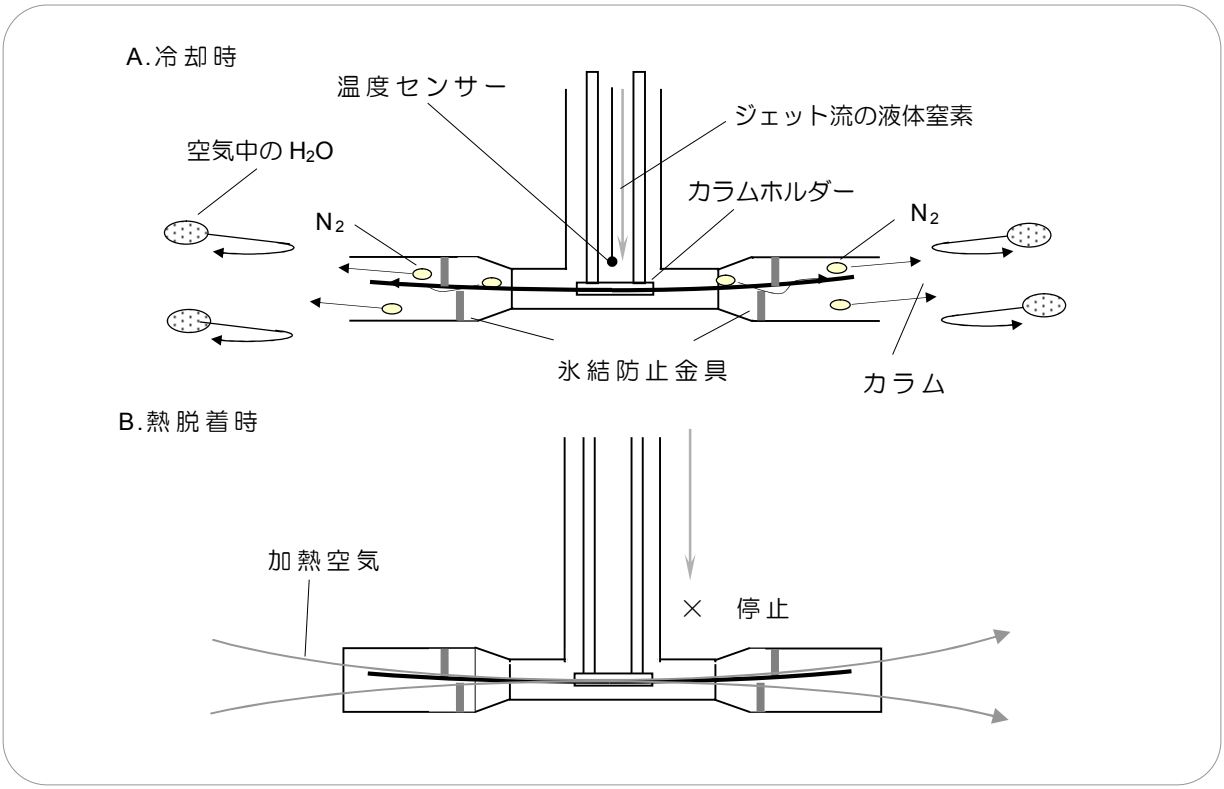


Fig. 1.2.3 カラム先端部の冷却時のN2ガスの流れとその後の加熱空気の導入による熱脱着

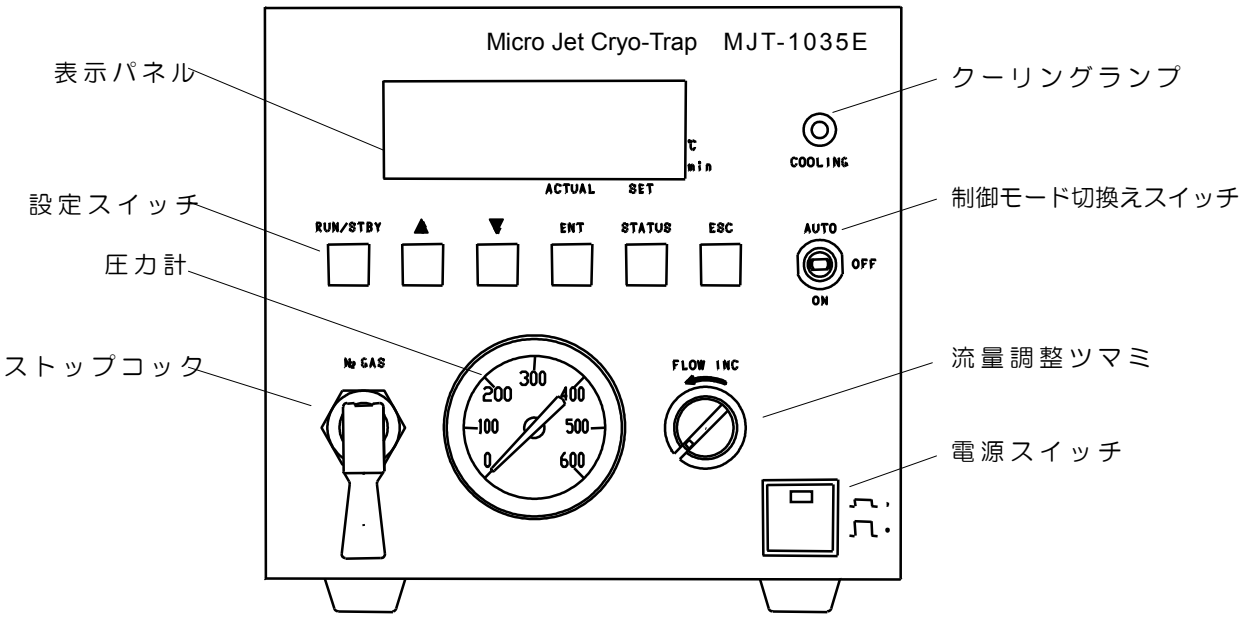


Fig. 1.2.4 コントローラー正面各部の名称

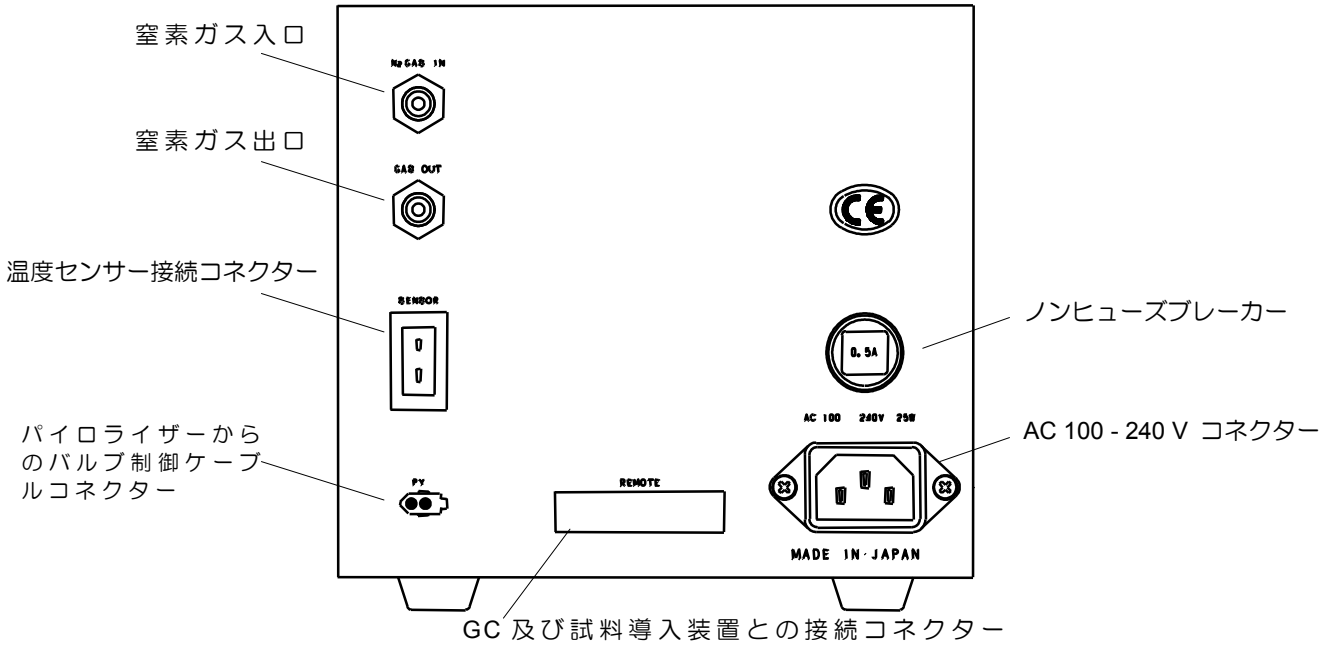


Fig. 1.2.5 コントローラー背面各部の名称

第2章 仕様

冷却可能温度	-180ºC 以下 （窒素ガス流量：7 L/min、GC オーブン 40ºC の場合）
冷却温度表示と 冷却制御	温度モニター及び表示機能を有する。表示分解能：1ºC 手動制御、各種試料導入装置、弊社パイロライザー（EGA/PY-3030D、 PY-3030S、PY-2020iD、PY-2020iS）およびマイクロリアクター（Rx-3050TR、Rx-3050SR）からの制御が可能。 冷却温度閾値の設定が可能（0～-190ºC、1ºC 毎）。閾値以下に冷却されると冷却完了信号を出力する。*1 トラップ時間の設定が可能（0～999 分、1 分毎）。*1 （試料導入後冷却を停止すると同時に GC にスタート信号を出すまでの時間）
GC 及び試料導入装置との接続	GC からの READY 信号と試料導入装置からの START 信号を本装置を経由して授受することにより自動制御が可能。 GC との接続ケーブルが付属。*2 試料導入装置との接続に使用する末端未処理のケーブルが付属。*3
使用可能カラム	内径 0.25 mm 以下の金属および内径 0.5 mm 以下の溶融シリカキャピラリーカラム
電源（消費電力）	AC100 – 240 V （最大 25 W）
取り付け可能な GC	アジレント・テクノロジー社 （7890, 6890） サーモフィッシャー社（TRACE 1300/1310GC, TRACE GC Ultra） 島津製作所社（GC-17A, GC-2010） パーキンエルマー社（Clarus GC） （ただし、GC オーブン上部に他の付属装置を装着しているものは取り付けできない場合があります)
安全装置	液体窒素導入チューブの氷結等に起因する閉塞によりコントローラー内の窒素ガス圧力が 600 kPa 以上にならないように圧力逃がし弁を採用。
使用環境温度	30ºC 以下

*1：弊社パイロライザーから制御する場合は、パイロライザー制御ソフトウェアに依存する。

*2：発注時に使用する GC を指定する(単品発注可)。

*3：試料導入装置に適合するコネクター等の取り付けが必要。

製品の仕様等は、性能改良のため予告なく変更する場合がございます

第 3 章 据付け

3.1 据付け前の準備

3.1.1 窒素ガス

窒素ガスは本製品使用時に最大約 7 L/min が消費されます。窒素ボンベをご使用の場合に他の装置と共用すると、ガス圧力の変化に伴い他の装置に影響を及ぼす事があります。本製品には専用の窒素ボンベ（酸素濃度：5 ppm 以下、露点：-65°C 以下）を使用することをお勧めします。

3.1.2 圧力調整器

窒素ボンベをご使用の場合、二次圧の最高使用圧力が 1 MPa 以上で、差圧 400 kPa の時の最大流量が 20 mL/min 以上のものをご用意ください。流量が不足すると、仕様の冷却能力が得られません。本装置使用時は二次圧を 600 kPa に設定します。

3.1.3 液体窒素

据付調整時に性能検査用に約 2 リットル必要です。2 リットルの液体窒素容器が標準付属します。

3.1.4 電源

AC100 – 240 V（最大 25 W）のアース付き 3 ピンコンセントをご準備ください。本製品に付属する電源ケーブル長さは 1.5 m です。

3.1.5 検査用試料

簡易ライターの燃料ガス（ブタンガス）

注意

窒息の危険 ー 本装置は大量の窒素ガスを使用します。本装置は必ず換気の良い場所に設置してご使用ください。

注意

窒息の危険 ー 液体窒素は蒸発する（体積が約 700 倍に膨張する）と空気中の酸素濃度を急速に低下させます。液体窒素容器の設置又は液体窒素を容器に追加する場合は、換気の良い場所でかつ液体窒素をこぼさないように細心の注意を払って作業してください。

注意

熱交換コイルを液体窒素に浸漬する際は、浸漬する前に室温で 1 分間以上窒素ガスを流して、液体窒素導入チューブ及び熱交換コイル内の水分を十分に排除した後、窒素ガスを流しながらゆっくり浸漬してください。

注意

熱交換コイルを液体窒素に浸漬した状態では、必ず窒素ボンベのコックおよび MJT-1035E のコントローラーのストップコック（Fig. 1.2.4 参照）は開けておいてください

3.2 液体窒素導入チューブ固定板の設置

3.2.1 アジレント社製 7890, 6890 の場合

① GC オーブン上部のアルミ板を Fig. 3.2.1 に示す部分をカットし取り除きます。（ニッパー等で容易にカットできます。）

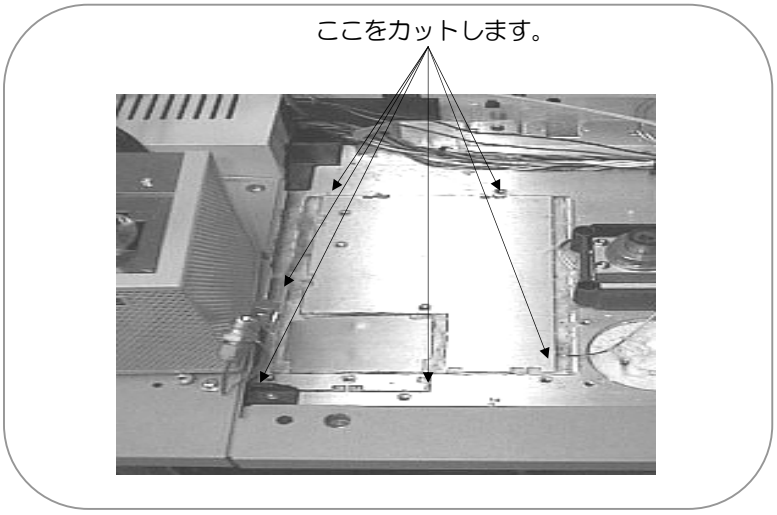


Fig. 3.2.1 GC オーブン上部のアルミ板のカット
（Agilent 6890 の例）

② GC オーブン内部の穴（Fig. 3.2.2 に示す位置の穴）に合わせて、断熱材にドライバー等で穴を貫通させ、径 1 cm 程度に穴を広げます（Fig. 3.2.2）。写真はフロント注入口に弊社製品の選択的試料導入装置用 SS アダプターが装着された状態です）。

Fig. 3.2.2 オーブン上部の断熱材のカット

③　液体窒素導入チューブ固定板のチューブガイドを 3.2.1.2 で開けた穴に挿し入れ、液体窒素導入チューブ固定板を GC オーブン上に設置します（Fig. 3.2.3）。

④　液体窒素導入チューブ固定板をネジ（M 4 x 6 mm）で固定します（Fig. 3.2.3）。オーリング（P-5、赤色）を固定板のポストに取り付けます（Fig. 3.2.4）。

GC オーブン上部に取付け板を設置し、ネジで固定します。
GC のバージョンによりネジ穴の位置が異なります。ネジは 2 箇所留めになります。

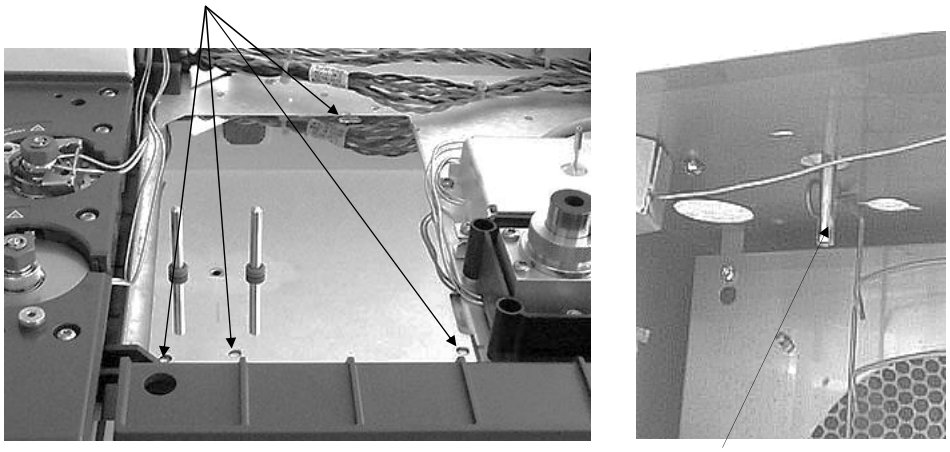


Fig. 3.2.3 液体窒素導入チューブ固定板の設置と固定

ガイドポストに固定し、付属のオーリング（P-5）を各ポストそれぞれに 2 個取り付けます。

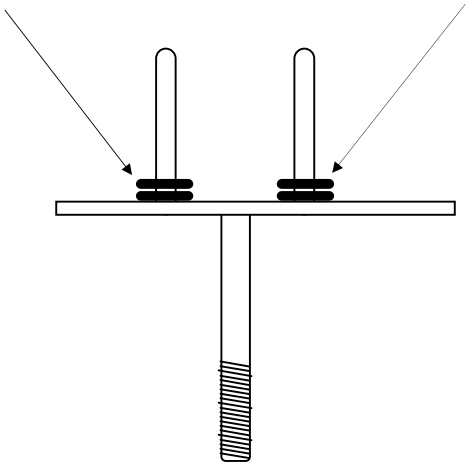
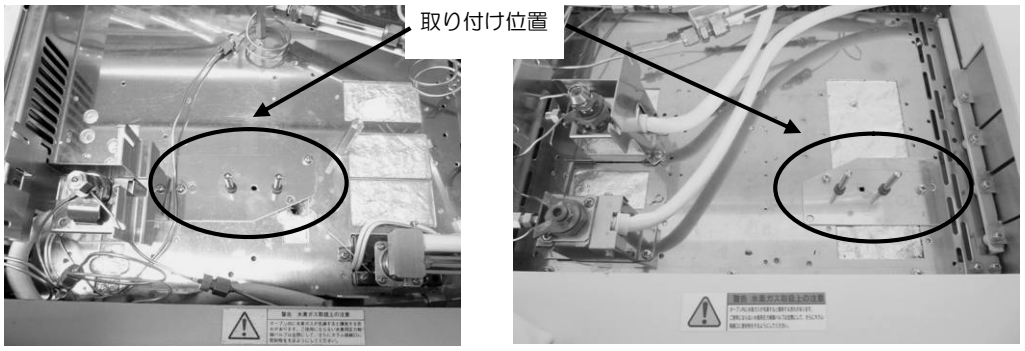


Fig. 3.2.4 ガイドポストの設置

3.2.2 島津製作所製 GC-2010 /17A の場合

① GC により取り付け位置が異なります。Fig.3.2.5a と b に、GC-17A と GC-2010 取り付け位置を示します。下記の位置に穴を開けてください。GC-2010 の場合は検出器取り付け位置を利用します。

② 液体窒素導入チューブ固定板を①であけた穴に、チューブガイド側から GC オーブン内に挿入し、付属のネジで、GC に板を固定します。固定ネジ穴は、2 箇所使用します（GC-17A と GC-2010 で使用する位置が異なります。）



a. GC-17A への取り付け　　b. GC-2010 への取り付け

Fig. 3.2.5 各 GC オーブン上部への液体窒素導入チューブ固定板の取り付け

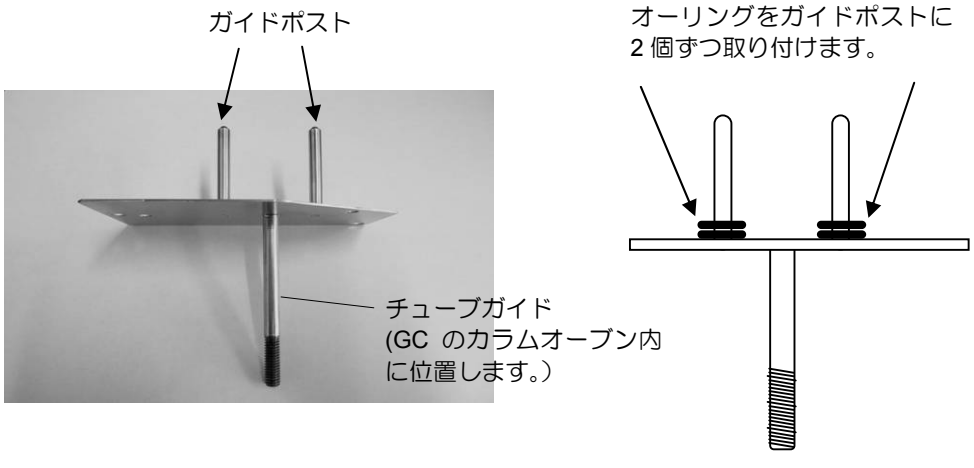


Fig. 3.2.6 液体窒素導入チューブ固定板

3.2.3 パーキンエルマー社製 Clarus GC の場合

① GC オーブン上部の Fig. 3.2.7 で示した“穴明け位置”をドライバー等でオーブン内部まで貫通し、断熱材に直径 1 cm 程度に穴を開けます。

② 液体窒素導入チューブ固定板を 3.2.3.1 であけた穴に、チューブガイド側から GC オーブン内に挿入し、附属のネジで、GC に板を固定します。

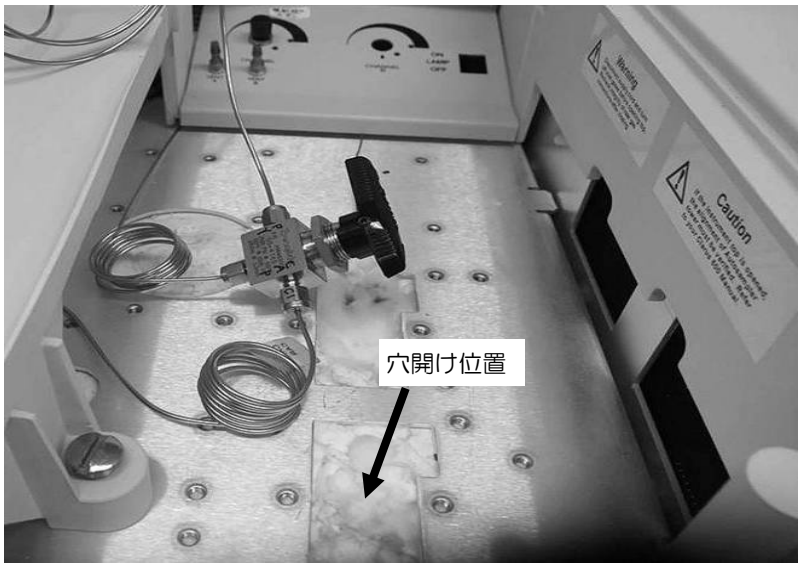


Fig. 3.2.7 GC オーブン上部への穴開け位置（Clarus GC の例）

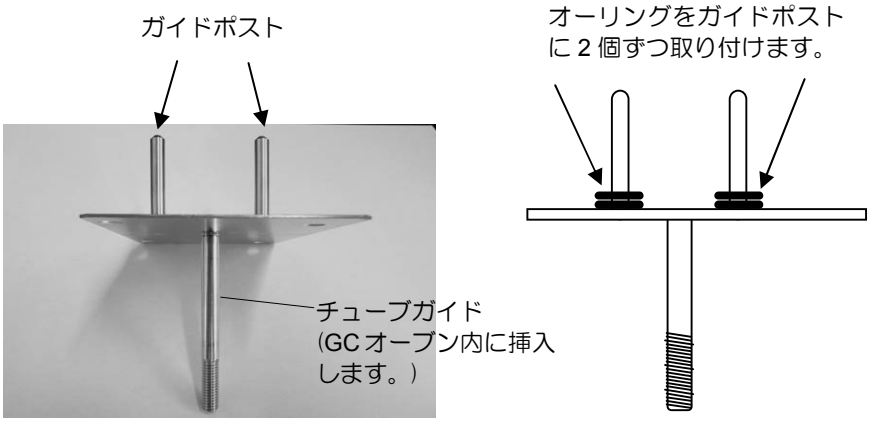


Fig. 3.2.8 液体窒素導入チューブ固定板

3.2.4 サーモフィッシャー社製 TRACE 1300/1310GC の場合

① GC オーブン上部の検出器モジュールを外し、付属の断熱材を取り付けます。（Fig. 3.9 参照）

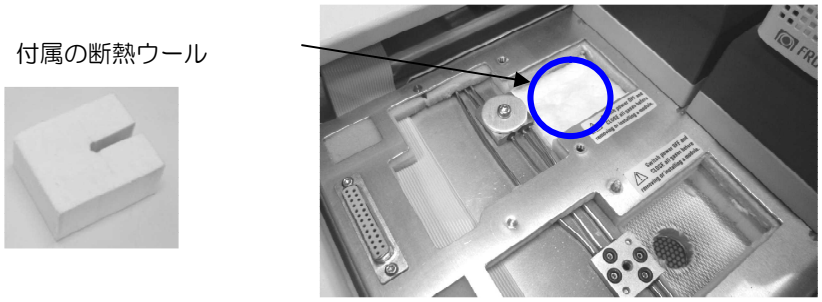


Fig. 3.9 検出器モジュールの取り外し

② 液体窒素導入チューブ固定板をチューブガイド側から GC オーブン内に挿入し、付属のネジで GC へ固定します。

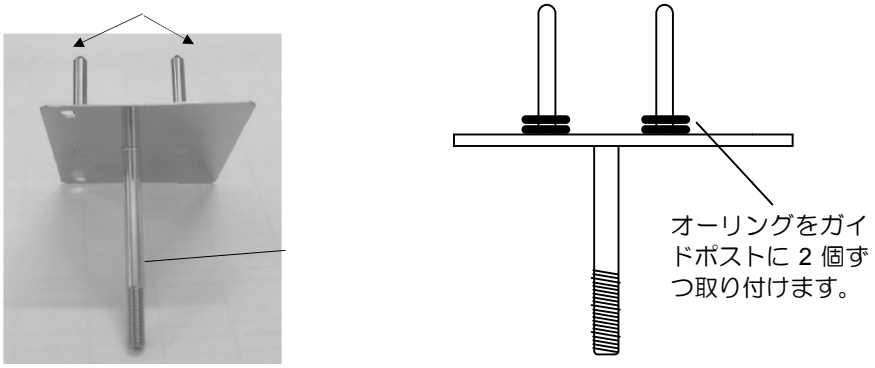


Fig. 3.10 液体窒素導入チューブ固定板

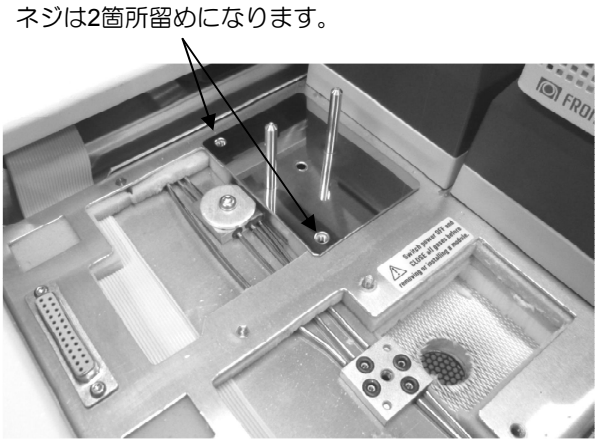


Fig. 3.11 液体窒素導入チューブ固定板の取り付け

3.3 コントローラーと液体窒素容器の設置

コントローラーと液体窒素容器を、落下や転倒などの危険がない場所に設置します。

オプションの 10L またはお手持ちの 20L 以上の容器を使用する場合は、GC の前方床に設置する必要があります。液体窒素導入チューブの長さは変更できません。

また、試料前処理装置やオートサンプラーが設置されている場合は、液体窒素導入チューブがそれらの動作に干渉する場合がありますので、これらの装置の可動部の軌道を確認して相互の動作に影響のないように設置してください。Fig. 3.3.1 に設置例を示します。

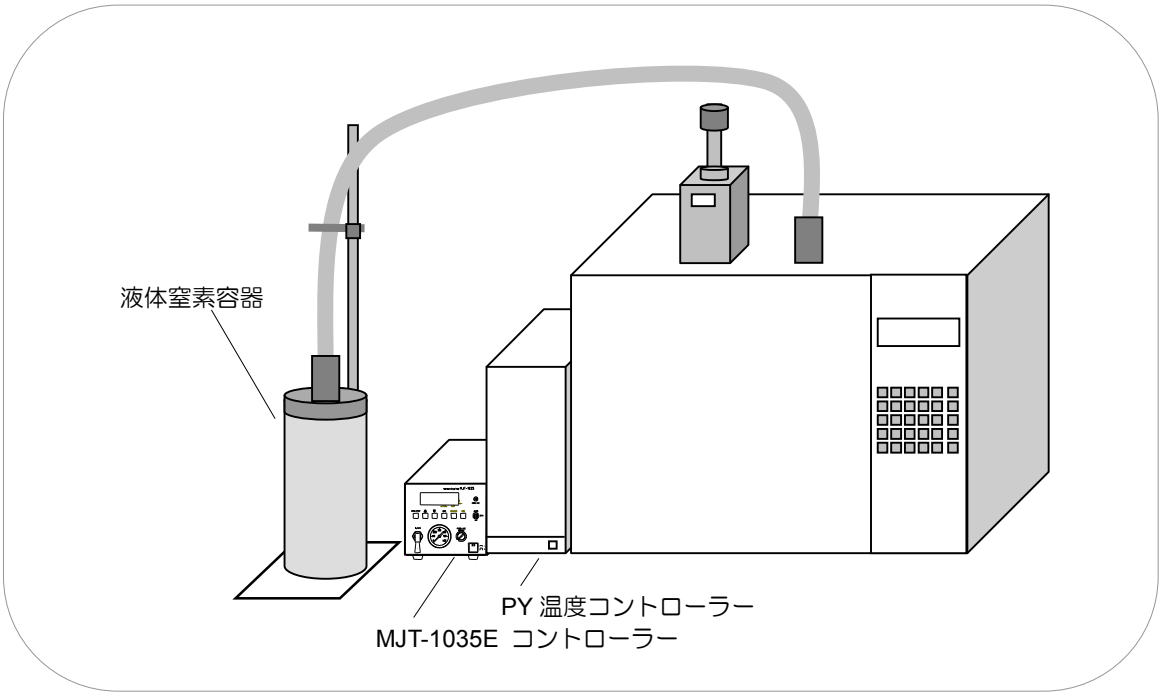


Fig. 3.3.1 コントローラーと液体窒素導入装置の設置

注意

試料前処理装置やオートサンプラーの可動部が本装置の液体窒素導入チューブに接触すると液体窒素導入チューブを損傷する可能性があります。可動部の軌道を十分に確認して相互に干渉しないように本装置を設置してください。

3.4 液体窒素導入チューブの取り付け

① 液体窒素導入チューブ先端部を液体窒素導入チューブ固定板の穴にまっすぐ挿し入れ、さらにチューブホルダーにあるガイドポスト挿入穴（4 箇所のうち 2 箇所）を固定板のガイドポストに差し込み、固定します（Fig. 3.4.2）。

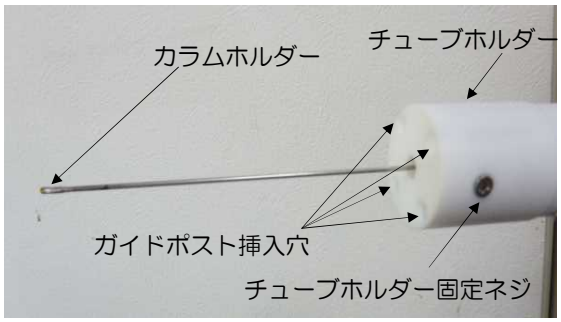
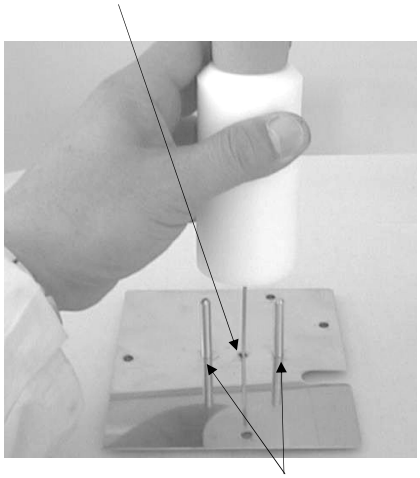


Fig. 3.4.1 液体窒素導入チューブの先端部分

液体窒素導入チューブの先端を、固定板の穴（チューブガイド）に挿し入れます



ガイドポストをガイドポスト挿入穴に挿し入れます

Fig. 3.4.2(a) 液体窒素導入チューブの取り付け

島津製作所社製 GC-2010 の場合、カラムホルダー開口面は GC オーブン開口面と垂直方向に取り付けてください（Fig. 3.4.2(b)）。
その他の GC の場合、カラムホルダー開口面は GC オーブンの開口面と平行に取り付けてください。

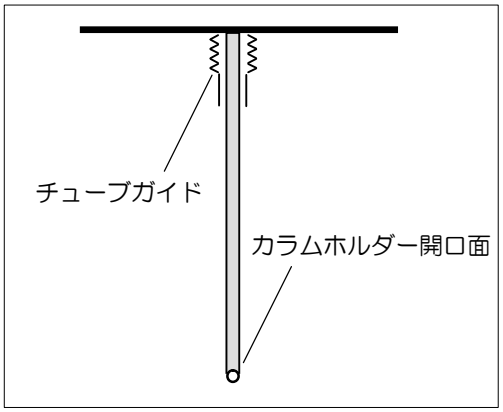


Fig. 3.4.2(b) GC-2010 用カラムホルダー開口面

② 熱交換コイルに液体窒素容器蓋の穴を通し、液体窒素導入チューブと熱交換コイルを接続します（Fig. 3.4.3）。熱交換コイルを、液体窒素導入チューブと接続します。袋ナットを手で締めてから、スパナで増し締めしてください（1/4 回転以下）。

③ 液面ゲージを液体窒素容器蓋の小さい穴に通し、ゲージの先端に抜け止めを取り付けます(Fig. 3.4.3)。

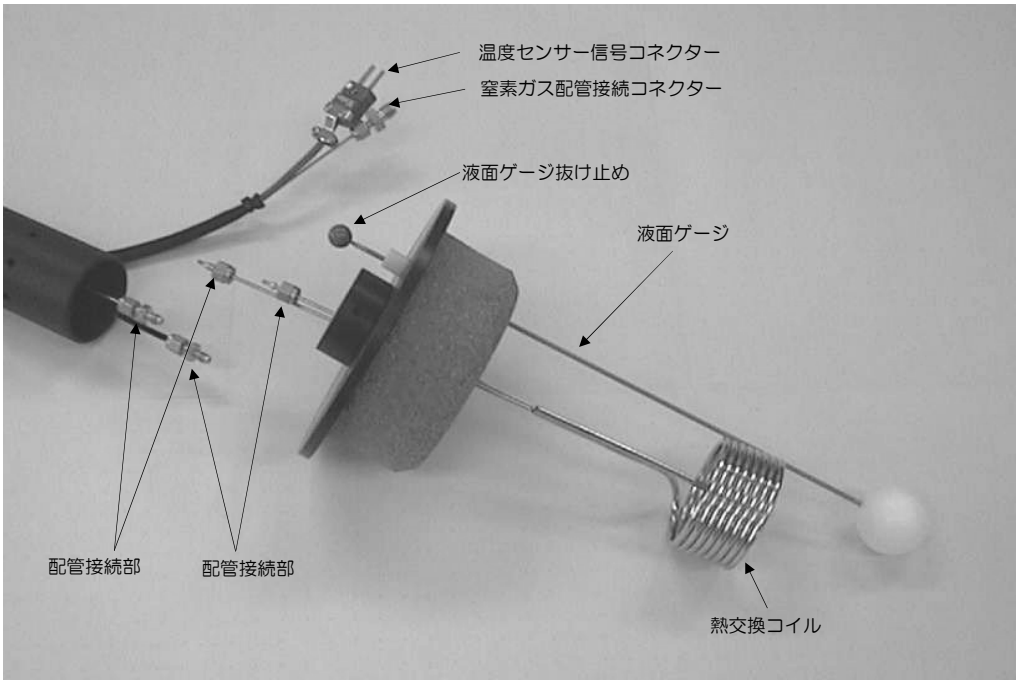


Fig. 3.4.3 熱交換コイルの接続および液面ゲージの設置

3.5 マイクロジェットチューブの取り付け

① マイクロジェットチューブ(石英製)にマイクロジェットチューブ固定キットを取り付けます。はじめに、マイクロジェットチューブに袋ナットとグラファイトフェラルを挿し入れ、マイクロジェットチューブユニオンと接続します。袋ナットは手で締めてからスパナで約 1/3 回転増し締めしてください(Fig. 3.5.1)。締めすぎるとマイクロジェットチューブを破損する恐れがありますのでご注意ください。

② マイクロジェットチューブに氷結防止金具を取り付けます（Fig. 3.5.2)。

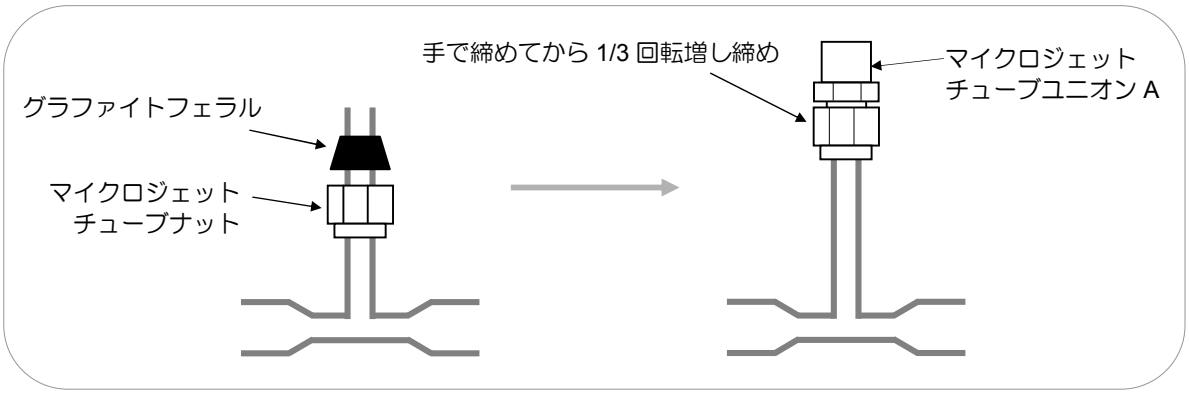


Fig. 3.5.1 マイクロジェットチューブ固定キットの取り付け

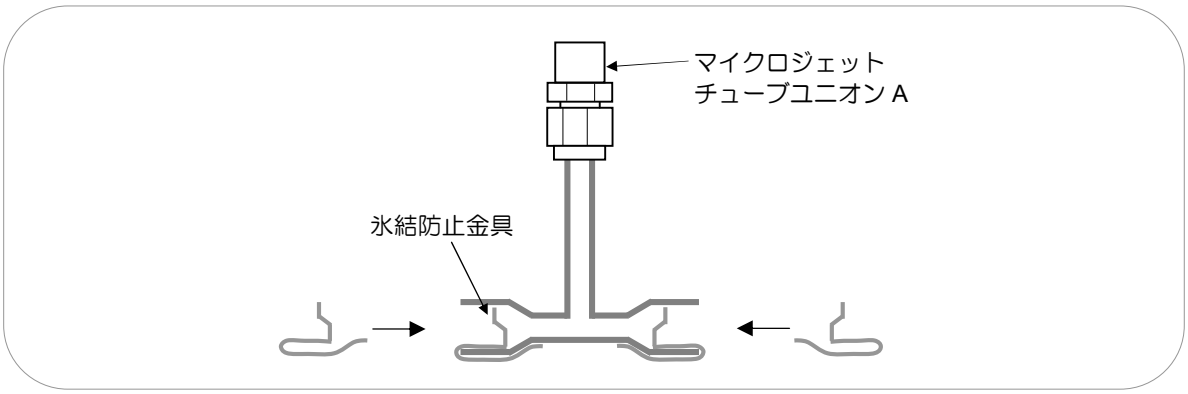


Fig. 3.5.2 氷結防止金具のマイクロジェットチューブへの取り付け

③ 液体窒素導入チューブ固定板のチューブガイドに、マイクロジェットチューブ固定キットのナットをねじ込み、次にユニオンと接続したマイクロジェットチューブを接続します（Fig. 3.5.3)。

④ カラムホルダーがマイクロジェットチューブの水平管の中央に位置するようにマイクロジェットチューブを回転させて、高さを調整してください。その後ナットでマイクロジェットチューブが動かないように固定してください（Fig. 3.5.4）

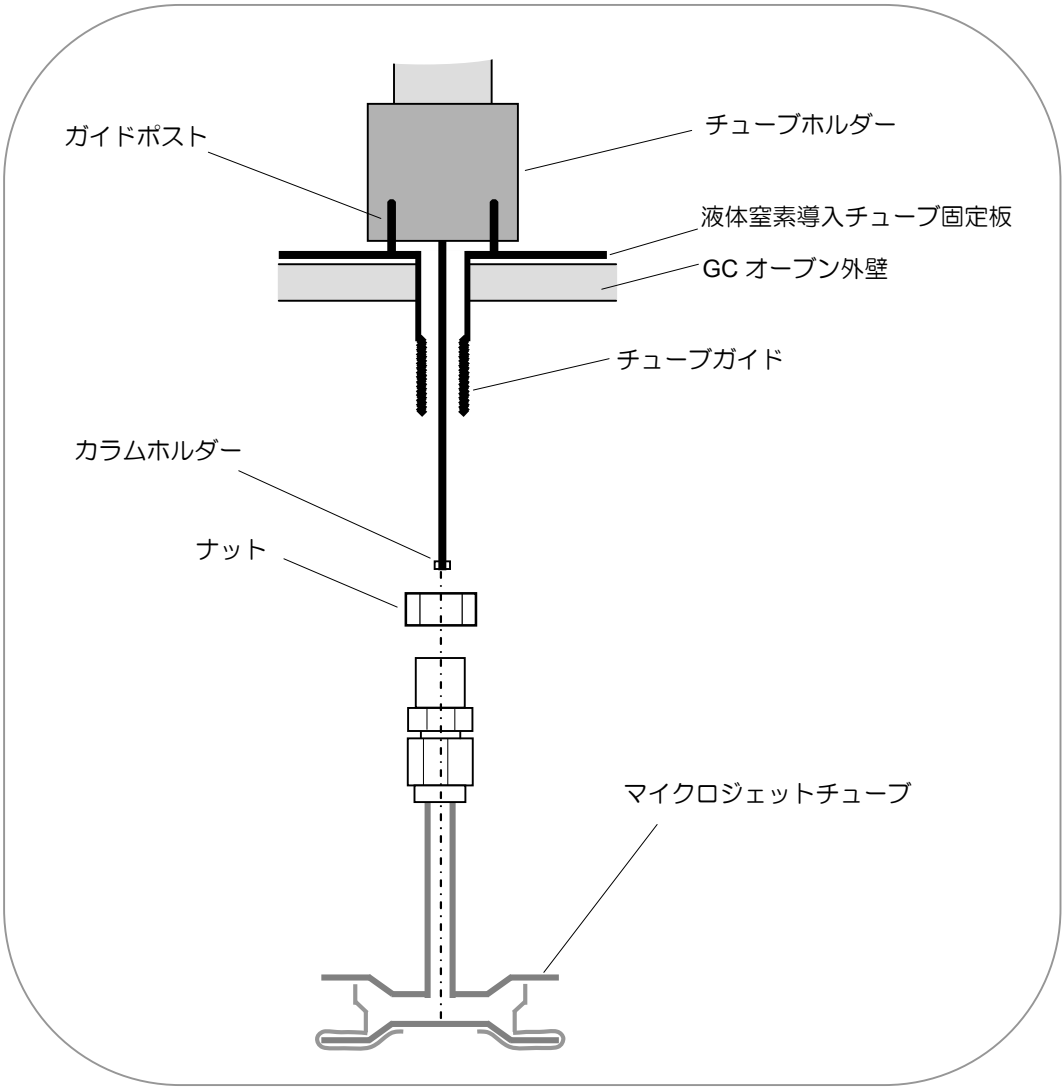


Fig. 3.5.3 チューブガイドとマイクロジェットチューブの接続

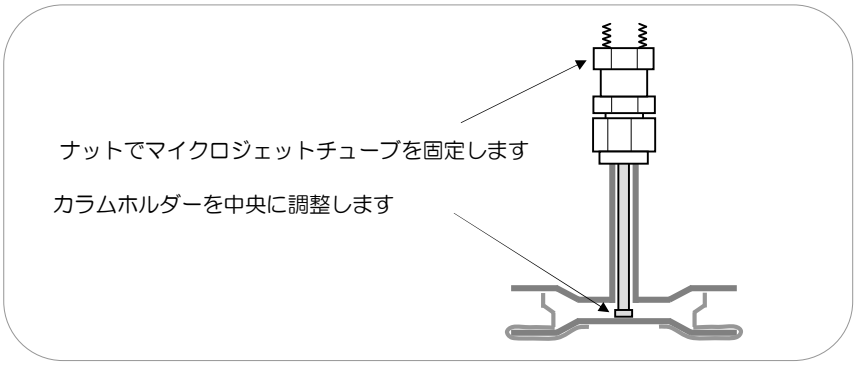


Fig. 3.5.4 マイクロジェットチューブの位置調整と固定

3.6 配管およびケーブルの接続

3.6.1 パイロライザーまたはマイクロリアクターを使用する場合

パイロライザーまたはマイクロリアクターと組み合わせて使用する場合の配管およびケーブルの接続を Fig. 3.6.1 に示します。下記①～⑦の手順に従って接続してください。

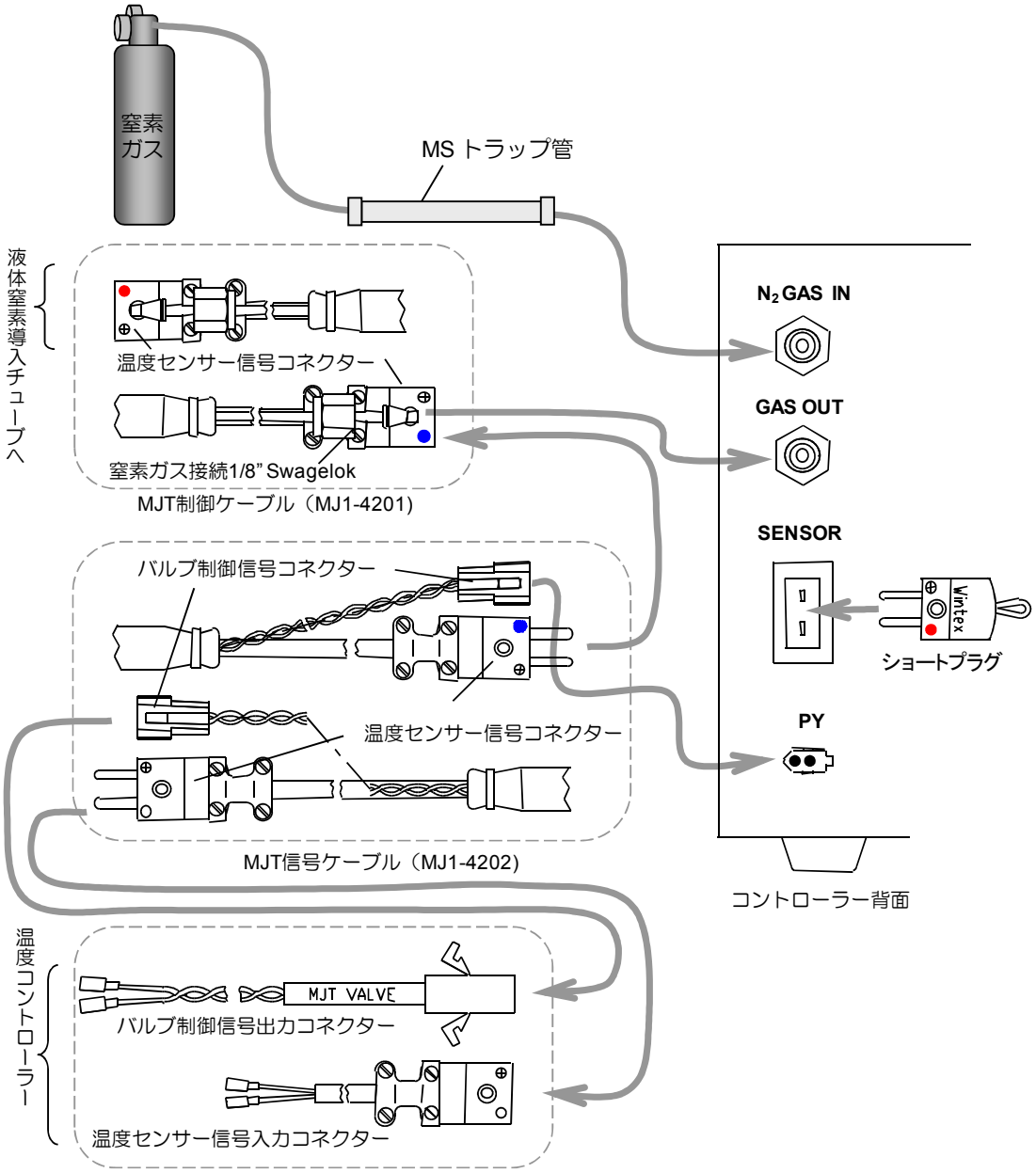


Fig.3.6.1　パイロライザーを使用する場合の配線及びガス配管

① コントローラー背面の ＜N_2 GAS IN＞ に MS トラップ管の“OUT”側を接続します（1/8” Swagelok 使用）。また、MS トラップ管の“IN”側を窒素ボンベと接続します（Fig. 3.6.2）。

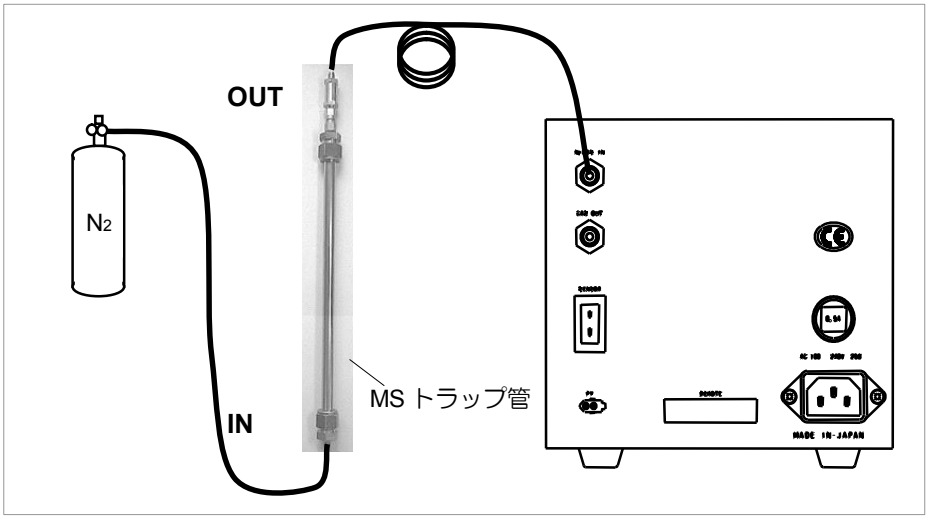


Fig. 3.6.2 窒素ガス配管の接続

② MJT 制御ケーブル(MJ1-4201)の青いマークがあるセンサーコネクター側のパイプをコントローラー背面の“GAS OUT”に接続します。

③ MJT 制御ケーブルの温度センサーコネクター（青いマーク）は MJT 信号ケーブルの青いマークのある温度センサーコネクターと接続します。

④ MJT 信号ケーブルの白いマークのある温度センサー信号コネクター及びバルブ制御信号ケーブルコネクターは、パイロライザーまたはマイクロリアクターのコントローラー側に接続するそれぞれの信号コネクターと接続します。

⑤ MJT 制御ケーブルの片方は液体窒素導入チューブの温度センサー信号コネクターと窒素ガス配管接続コネクター（Fig. 3.4.3 参照）それぞれに接続します。

⑥ 本装置の背面にある”SENSOR”コネクターに、付属のショートプラグを取り付けます。

⑦ GC との接続にはパイロライザーまたはマイクロリアクターの取り付けキットに付属するリモート信号ケーブルを使用してパイロライザーまたはマイクロリアクターと GC を接続してください。本機にリモート信号ケーブルを接続する必要はありません。また、本機側に接続しているケーブルを外す必要はありません。

3.6.2 他の試料導入装置との組み合わせで使用する場合

パイロライザーおよびマイクロリアクターを使用しない場合は、本装置と GC 及び試料導入装置を GC リモート信号ケーブル及びオートサンプラー接続ケーブルでそれぞれを接続します。

動作の連携は概ね以下のステップで実行されます。

1. GC 又は GC/MS が GC READY 状態になると”GC READY”信号を本装置に送ります。
2. 本装置が”GC READY”信号を受けると、冷却を開始します。
3. 冷却部の温度が設定値に到達すると”MJT READY”信号を試料導入装置に送ります。
4. “MJT READY”信号を受けた試料導入装置は試料導入動作を開始します。
5. 試料導入装置は試料を導入すると同時に、本装置に”GC START”信号を出します。
6. 試料導入装置から”GC START”信号を受けた本装置は、設定された”TRAP TIME”のカウントダウンを開始し、設定時間経過と同時に本装置は冷却を停止し、GC に”GC START”信号を送ります。
7. “GC START”信号を受けた GC は分析を開始します。

以下に各装置間の接続を Fig.3.6.3 に示します。①～⑥の手順に従い接続してください。

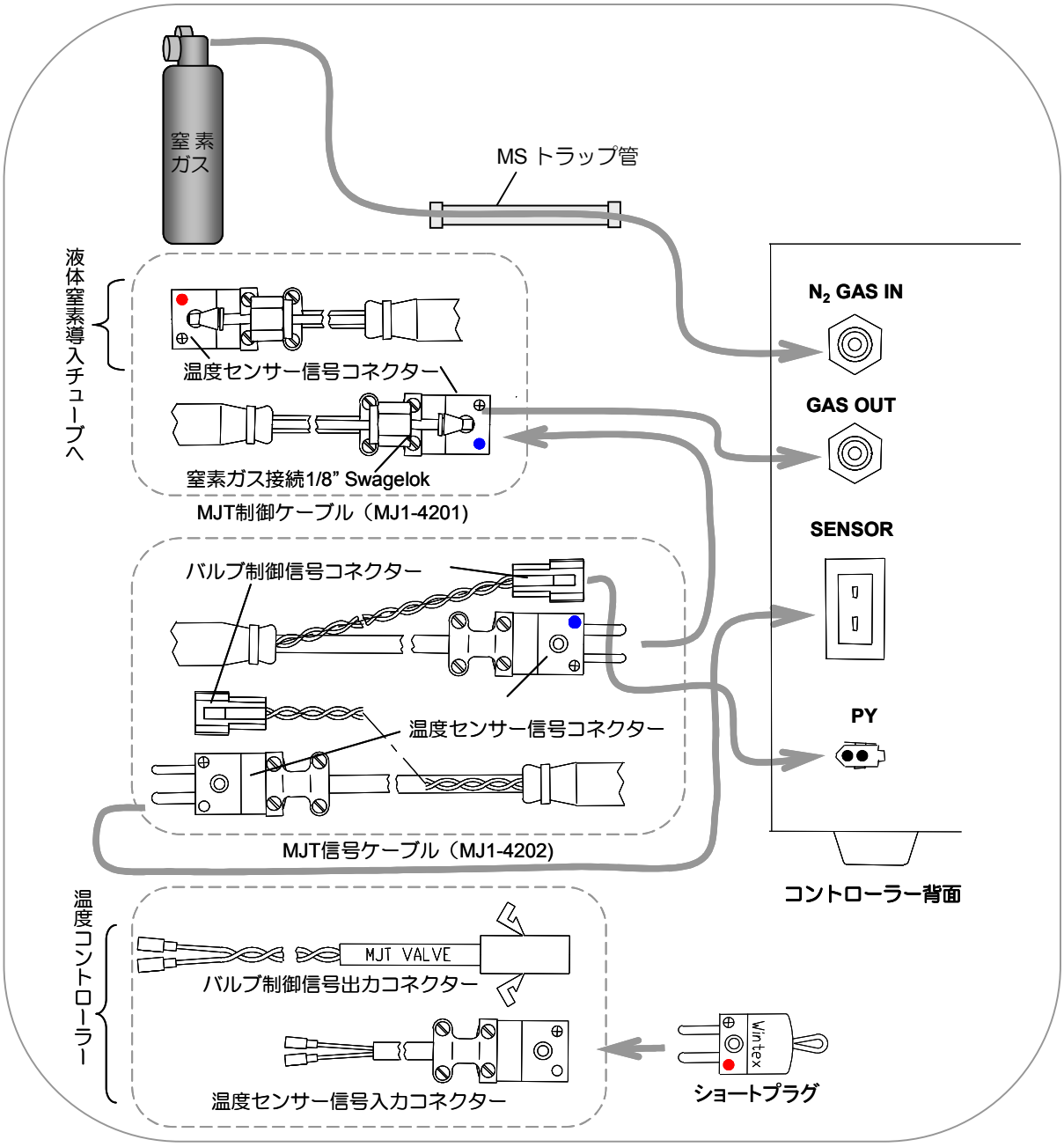


Fig.3.6.3　パイロライザーを使用しない場合の配線及びガス配管

① パイロライザーまたはマイクロリアクターのコントローラーに接続されている MJT 信号ケーブルのバルブ制御信号コネクターと温度センサー信号コネクターをはずし、MJT 信号ケーブル側の温度センサー信号コネクターを本装置の背面にある”SENSOR”コネクターに接続します。”PY”コネクターに接続しているバルブ制御信号コネクターは外す必要はありません。

② パイロライザーまたはマイクロリアクターのコントローラー側の温度センサー入力コネクターに、付属のショートプラグを取り付けます。このプラグが取り付けられていないと、パイロライザーまたはマイクロリアクターを使用する場合温度制御に異常が生じる可能性がありますので、必ず取り付けてください。

③ 付属のリモート信号接続コネクターに付属のケーブルを接続し、本装置背面の”REMOTE“に接続します（Fig. 3.6.4）。

④ GC READY 信号は正論理と負論理に対応可能です。標準設定は正論理（GC READY 時に電位が High レベルになる）です。変更方法については第 8 章を参照してください。

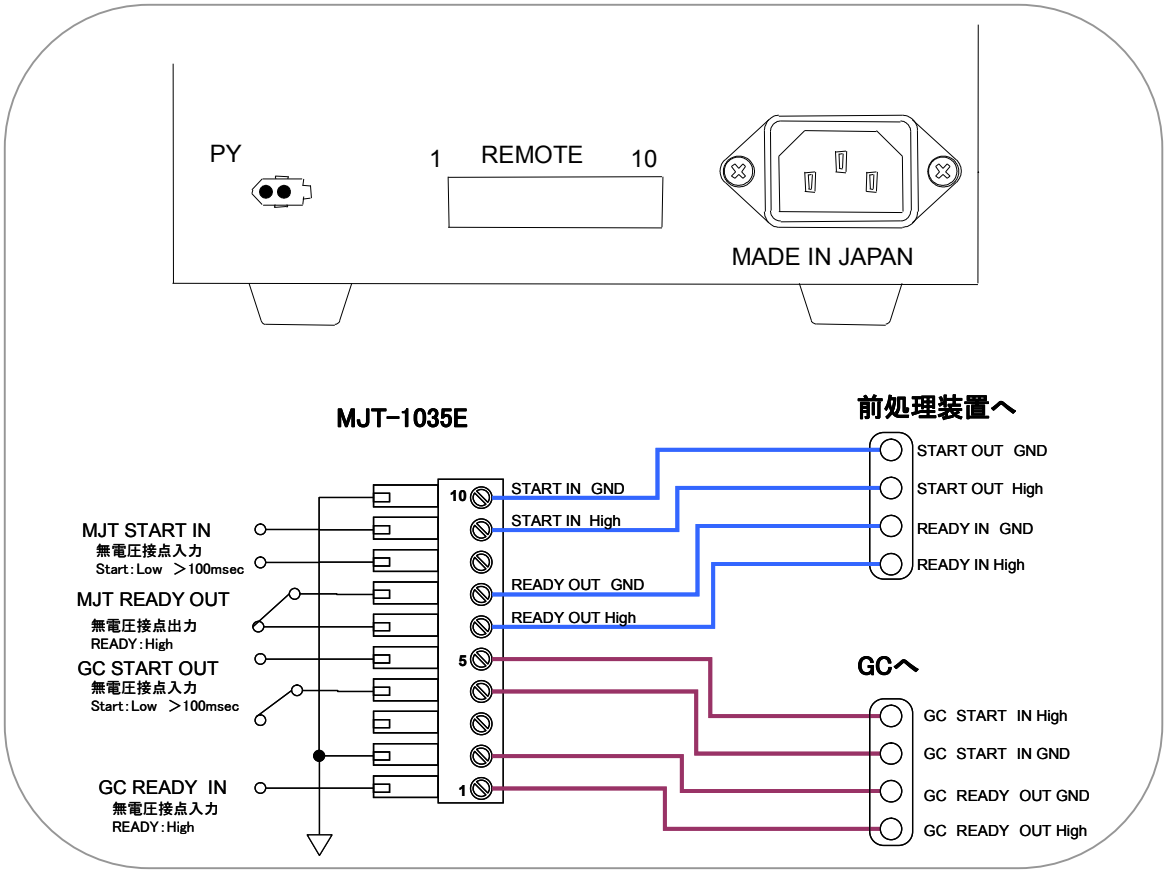


Fig. 3.6.4 リモート信号コネクターの接続

3.6.3 本装置を使用せず他の試料導入装置を使用する場合

本機を GC ならびに試料導入装置に接続している状態でも、本機の電源を切ることにより GC と試料導入装置がリモート信号ケーブルで接続された状態になりますので、ケーブルをつなぎ換える必要はありません。

冷却トラップが必要でない分析をする場合は、リモート信号ケーブルは本機に接続したままで本機の電源を切って分析を行ってください。

3.7 温度表示の確認と補正

本装置は温度補正機能を有します。本装置を単独又はパイロライザーまたはマイクロリアクター以外の試料導入装置と合わせて使用する場合は、本装置で温度表示の確認と補正を行います。弊社パイロライザーまたはマイクロリアクターを使用する場合は、コントロールソフトウェアーで温度表示の確認と補正を行う必要があります。

3.7.1 本装置の温度補正

① 本装置に接続されている液体窒素導入チューブ内臓センサーの信号コネクターを本装置背面のコネクター（SENSOR）に接続します。（パイロライザーまたはマイクロリアクターと組み合わせて使用していた場合は、センサー信号は各コントローラーに接続されているのでつなぎ換えます。）

② 本装置の電源を入れます。

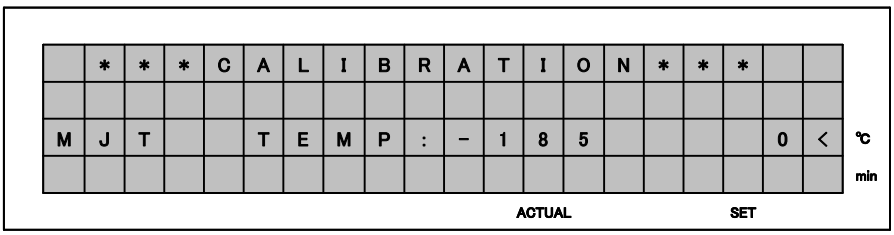
③ 液体窒素を付属の容器に入れて準備します。

④ 制御モード切り替えスイッチを”OFF”にします。”ACTUAL”の表示がほぼ室温を表示することを確認します。

⑤ 液体窒素導入チューブの先端（カラムホルダー側）を液体窒素に浸漬して“ACTUAL”の温度表示が安定するのを待ちます。このとき、カラムホルダー部先端から 50 mm 以上が液体窒素に浸漬されていることが必要です（Fig. 3.7.2）。

⑥ 本装置の電源を切ります。

⑦ “RUN/STBY”のキーを押したまま本装置の電源を入れ、下の表示が出るまで押したままとします（数秒かかります）。“ACTUAL”に表示されている“-185”は現在温度センサーが認識する液体窒素の温度を示し、“SET”の“0”は温度補正されていないことを示しています。



⑧ ▲、▼で“SET”に”ACTUAL”に表示されている数値を設定します。上記の表示例の場合は”-185”と入れ、“ENT”キーを押します。

⑨ ”ACTUAL“表示が”-196±1“になることを確認します。やり直す場合は、”SET“に”0“を入れて”

ENT“きーを押した後、再度”ACTUAL“に表示されている値を”SET“に入れて”ENT“を押します。

⑩ “ESC”キーを押し補正モードを抜けます。

⑪ 液体窒素からカラムホルダー部を取り出し安全な位置に保管します。

3.7.2 パイロライザーまたはマイクロリアクターを使用する場合

液体窒素導入チューブとパイロライザーまたはマイクロリアクターのコントローラーの組み合わせによっては、液体窒素の温度（-196ºC）を正しく表示しない場合があります。 下記の手順に従って、温度表示の確認と補正を行ってください。

① パイロライザーまたはマイクロリアクターの制御ソフトウェアーを起動後、“Settings”を選択することで表示される Fig. 3.7 の画面で、A.の“MJT”の項目にチェックを入れてください。 画面右下の B にトラップ部の温度が表示されます。

② 液体窒素導入チューブを一度 GC オーブン上部より引き抜き、先端を液体窒素の中に浸漬します。

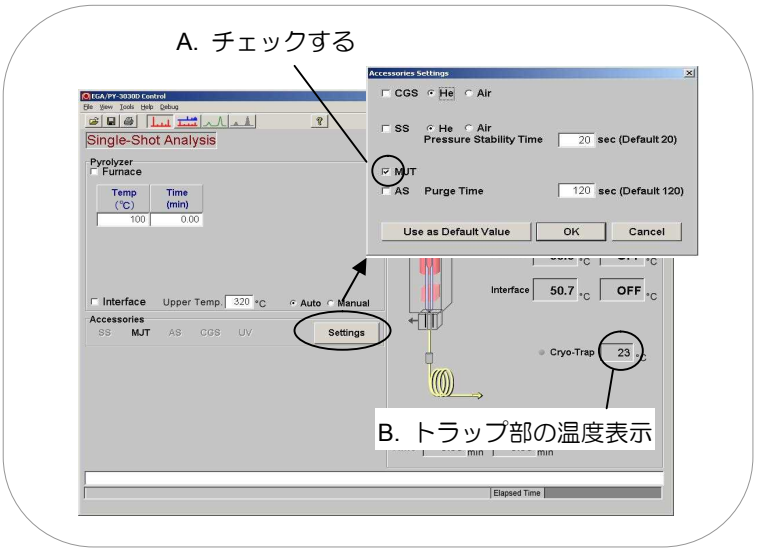


Fig. 3.7.1 使用装置の設定（EGA / PY-3030D 用制御ソフトウェアの例）

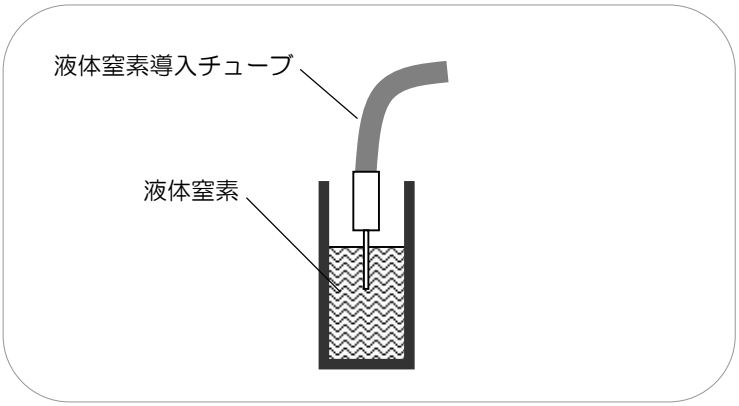


Fig. 3.7.2 液体窒素への温度センサーの浸漬

③ Fig. 3.7.1 の B に-196±1ºC の温度が表示されることを確認してください。この範囲以外の温度が表示された場合には、温度表示の補正が必要ですので 3.7.2.4 へお進みください。

④ “Tools”–“Maintenance”を選択して、パイロライザーをご使用の場合には、パスワード“3030”を、マイクロリアクターの場合には“3050”を入力してください。Fig. 3.7.3 の画面が表示されます。

⑤ 温度センサーを液体窒素に浸漬した状態での B の表示温度を C に入力し、“SAVE”を押してセーブしてください。その後、B の温度が -196±1ºC になることを確認してください。

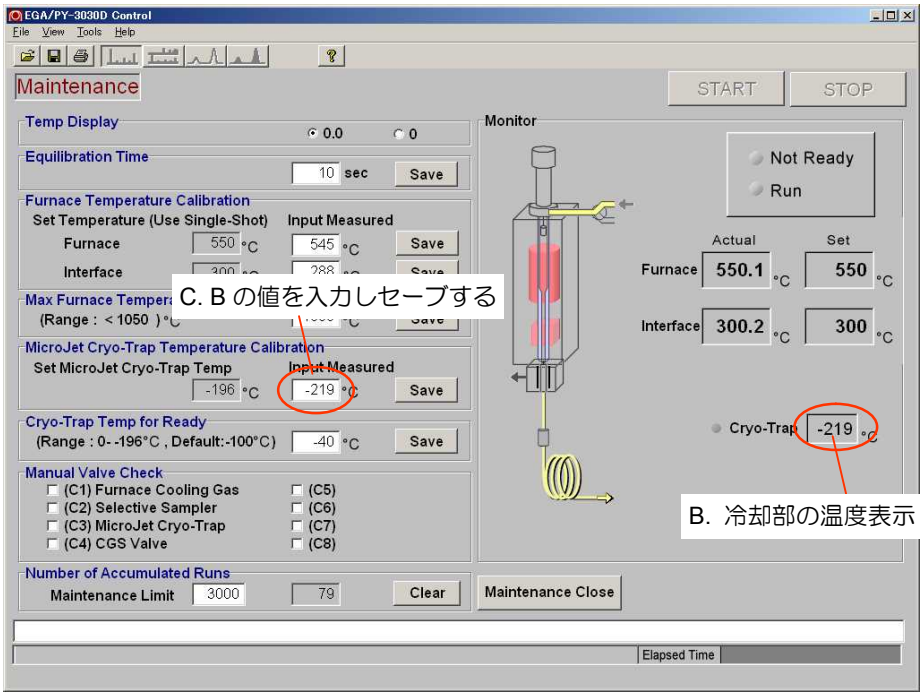


Fig.3.7.3 温度補正を行う“Maintenance”の画面

3.8 スタンドの設置

スタンド台にスタンド支柱を立て、ムッフ付きクランプをスタンド支柱に取り付けます（Fig. 3.8.1）。

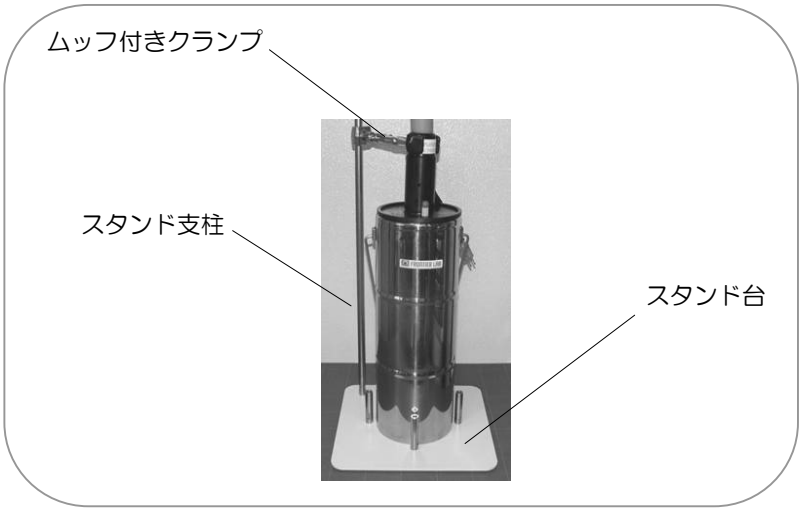


Fig. 3.8.1 スタンドの設置

3.9 カラムの取り付け

① カラムを GC オーブン内のカラムハンガーに設置します。

② カラムの入口側をカラムホルダーに通し（Fig. 3.9.1）、GC 注入口に接続します。

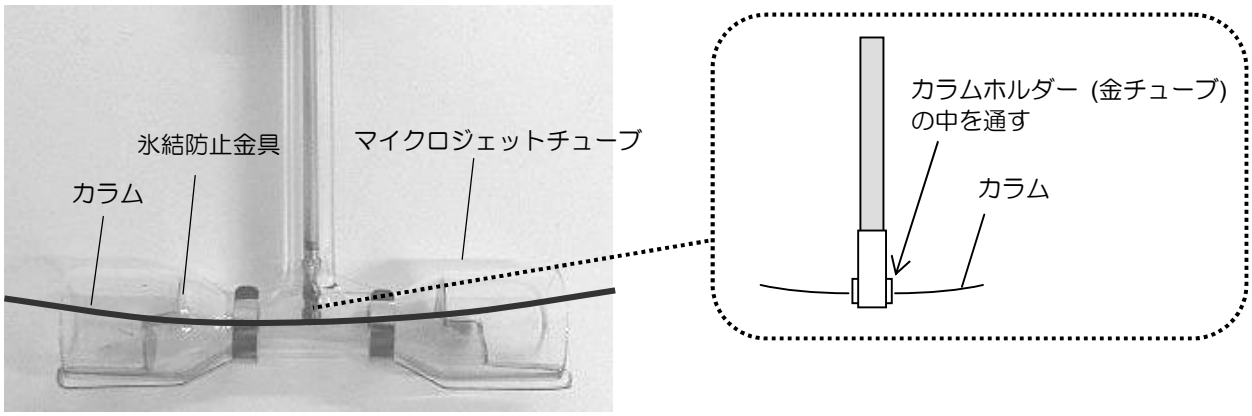


Fig. 3.9.1 カラムホルダーへのカラムの挿入

3.10 熱交換コイルの液体窒素容器への挿入

① 窒素ガスボンベの元栓を開け、ストップコックを開けます。コントローラーの制御モード切換えスイッチを ON にし、窒素ガスを流しながら熱交換コイルを液体窒素容器に挿入します（Fig. 3.10.1）

Fig. 3.10.1 液体窒素容器への熱交換部の挿入

警告

液体窒素を取り扱う際は、必ず皮製手袋を装着して作業を行ってください。

警告

熱交換部を液体窒素が一杯に入った容器に挿入する場合、液体窒素が突沸して吹き出すことがあり非常に危険です。十分に注意して、ゆっくりと挿入してください。

注意

窒素ガスを流さずに熱交換コイルを液体窒素に挿入すると、液体窒素導入チューブの先端部から空気が吸引され、空気中の水分の凝結により、液体窒素導入チューブが詰まる恐れがあります。熱交換コイルの液体窒素への挿入は、必ず窒素ガスを流しながら行ってください。

注意

冷却を行わない状態でも熱交換コイルを液体窒素に挿入した状態では、微量ながら液体窒素を消費しますので、長時間装置を使用しない場合は、熱交換コイルは液体窒素から取り出してください。

② ムッフ付きクランプを用いて適当な位置で液体窒素導入チューブを固定します（Fig. 3.10.1）

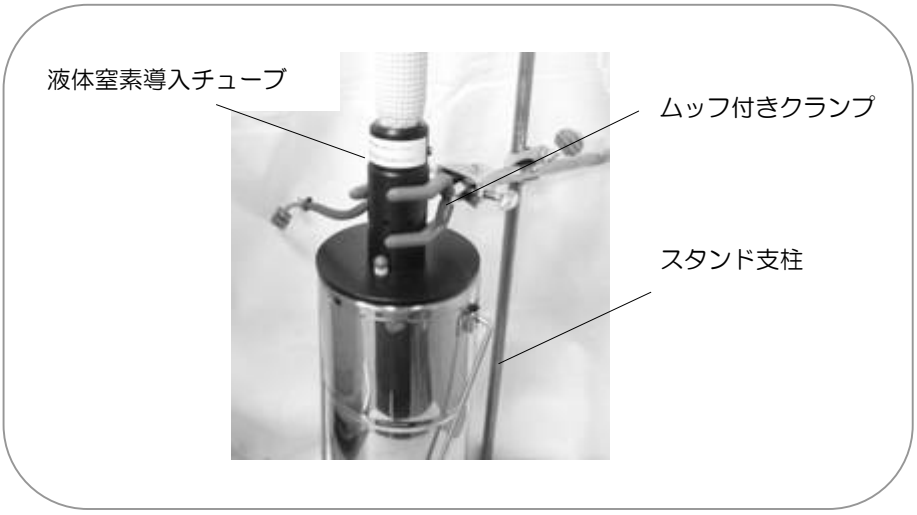


Fig. 3.10.1 液体窒素導入チューブの固定

警告

液体窒素導入チューブを固定しないで使用すると、液体窒素容器が転倒する恐れがあり非常に危険です。必ず液体窒素導入チューブを固定してご使用ください。

3.11 液体窒素導入チューブの取り外し

液体窒素導入チューブを取り外した際には、MJT 制御ケーブルのセンサーコネクターにショート用コネクターを接続してください（Fig. 3.11.1）。ショート用コネクターを接続しないで熱分解装置を使用すると、熱分解装置の温度制御に誤差が生じることがあります。

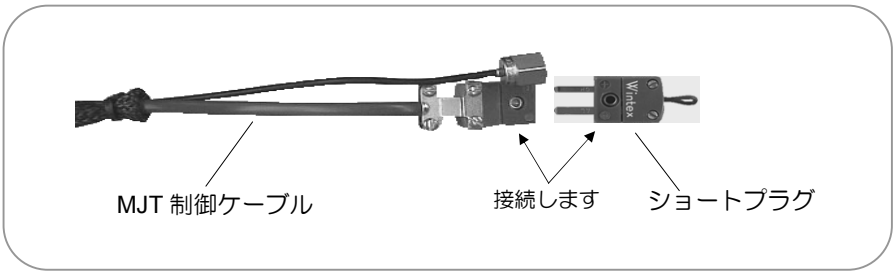


Fig. 3.11.1 ショートプラグの接続

第4章 操作方法

4.1 熱交換コイルの取り扱い

① 液体窒素容器に液体窒素を補充する場合には、熱交換コイルを液体窒素容器から取り出してから、補充してください。

② 熱交換コイルを液体窒素の入った液体窒素容器に挿入する際には、必ず 1 分間程度窒素ガスを流して、液体窒素導入チューブ内の水分を十分に排除し、窒素ガスを流しながらゆっくり挿入してください。

③ 熱交換コイルを液体窒素容器に挿入した状態では、冷却を行わない場合にも液体窒素を消費します。長時間装置をご使用にならない場合には、熱交換コイルを液体窒素から取り出しておいてください。

注意

熱交換コイルを液体窒素容器に入れた状態では、必ず窒素ボンベのコックおよび MJT-1035E のコントローラーのストップコック（Fig. 1.2.4 参照）は開けておいてください。液体窒素導入チューブが空気中の水分の凝結で生成する氷により詰まる恐れがあります。

4.2 窒素ガス供給圧力の設定

窒素ガスの供給圧力を 600 kPa に設定してください。供給圧力が低過ぎると、必要な冷却温度が得られない場合があります。次に、熱交換コイルを液体窒素に浸漬せずに、室温の状態で、コントローラー前面の窒素ガス流量調整ツマミで、圧力ゲージを見ながら流量を調整します。圧力と窒素ガス流量・冷却温度・トラップ可能な化合物の目安は下表をご参照ください。PY-2020iD から制御を行う場合には、必ず 340 kPa に設定してください。PY-2020iD では、冷却温度が-170°C 以下に達しないとシステムを Ready と判断しないために、パイロライザーの温度プログラムが進行しません。

窒素ガス・液体窒素消費量と冷却性能の関係			
コントローラー 圧力ゲージ （kPa）	340	240	180
窒素ガス流量 （L/min）	7	5	3.5
液体窒素消費量 （mL/min）	20	15	10
冷却温度の目安 （ºC）	-190	-150	-50
トラップ可能な化合物の目安	ブタン	ヘキサン	ウンデカン

4.3 キースイッチとモードスイッチ

① キースイッチ

RUN/STBY　：AUTO MODE EXT の場合に有効。
RUN は制御開始、STBY は制御停止。RUN 中に STBY にすると、冷却を停止し、RUN 前の状態になる。
▲　：数値増加、長押しで早送り
▼　：数値減少、長押しで早送り
ENT　：決定および行移動
STATUS　：装置の状態を表示、再度押すと制御モード表示に戻る
ESC　：数値の設定又は表示を切り替える。制御開始後は外部信号待ちをキャンセルして次の ステップに進む。

② 制御モード切り替えスイッチ
AUTO　：本装置単独で制御する（EXT)か、パイロライザーからの制御する（PY)
OFF　：手動で強制的に冷却停止（窒素ガス開閉バルブ”閉”、Auto から OFF に切り替えた場合は、それまでの全ての制御を停止する。
ON　：手動で強制的に冷却 ON（窒素ガス開閉バルブ”開”）

4.4 マニュアルモードでの操作（手動で COOLING の ON/OFF が可能）

① MJT-1035E のコントローラーのストップコックを開いてください。

② コントローラーの電源スイッチ（Fig. 1.2.4）を押し、電源を入れます。電源スイッチのランプが点灯することを確認してください。

③ 制御モード切換えスイッチを＜ON＞のポジションにすると＜クーリングランプ＞が点灯し、冷却を開始します。＜OFF＞にすると冷却が停止します。このとき、表示は Fig. 4.4.1 又は Fig. 4.4.2 になります。

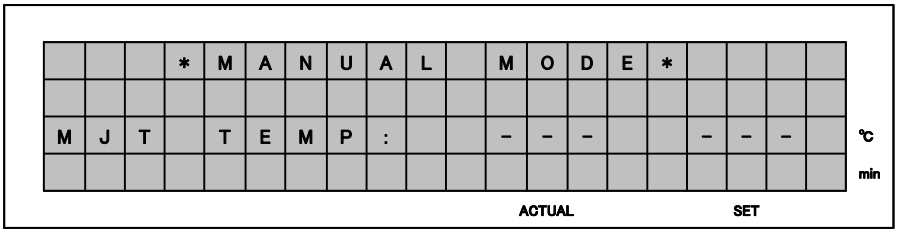


Fig. 4.4.1 自動制御モードが PY に設定されている場合 （温度表示はされません）

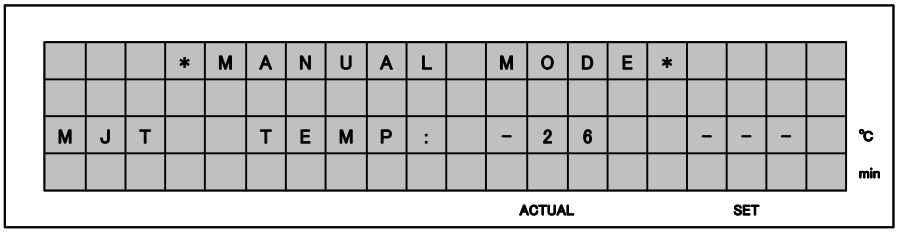


Fig. 4.4.2 自動制御モードが EXT に設定されている場合 （冷却部温度が表示されます）

④ 自動制御モードが PY になっている場合は、冷却温度はパイロライザーの制御ソフトウェアーでモニターすることができます。 自動制御モードが EXT になっている場合は、本装置で温度をモニターします。

⑤ 冷却開始後約 3 分以内に設定希望温度に達します。冷却開始後到達温度までの時間の目安を Fig. 4.4.3 に示します。

⑥ 分析を実行する場合は、試料導入が終了したら、制御モード切換えスイッチを＜OFF＞にし、GC をスタートします。

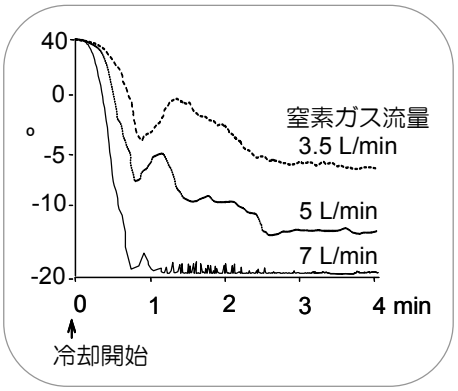


Fig. 4.4.3 冷却温度のプロファイル （GC Oven 40ºC）

4.5 GC 及び試料導入装置と連携して自動分析を行う場合

本装置単独で（弊社パイロライザーを使用しない場合）GC 及び試料導入装置と連携する制御モードに設定します。キースイッチの使用方法の詳細については 4.3 を参照してください。

① 制御モード切り替えスイッチを”AUTO”に設定します。

② 電源スイッチを”ON”にします。Fig. 4.5.1 が約 10 秒間表示されます。

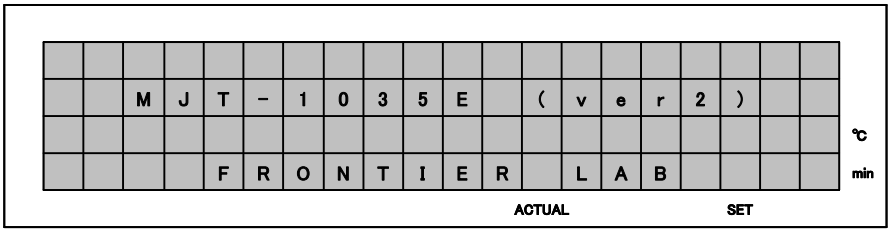


Fig. 4.5.1 電源投入時の表示（約 10 秒表示）

③ 約 10 秒後に Fig. 4.5.2 又は 4.5.3 の表示に切り替わります。電源を切る直前の設定が反映されます。

④ Fig. 4.4.2 の”AUTO MODE PY”の場合、制御モードを変更します。Fig. 4.5.2 が表示されている状態で”ESC”キーを押したまま、”STATUS”キーを 3 秒以上押します。Fig. 4.5.4 の制御モードの選択画面が表示されます。

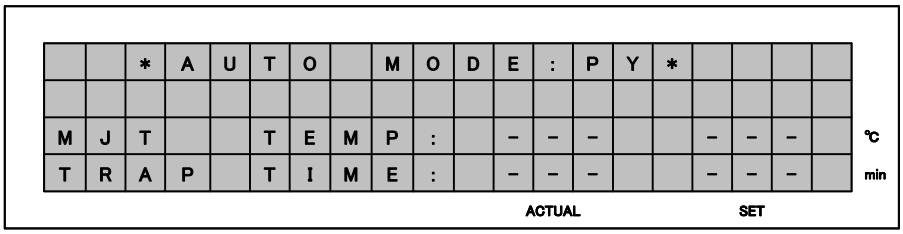


Fig. 4.5.2 自動制御モード PY（パイロライザーで制御するモード）

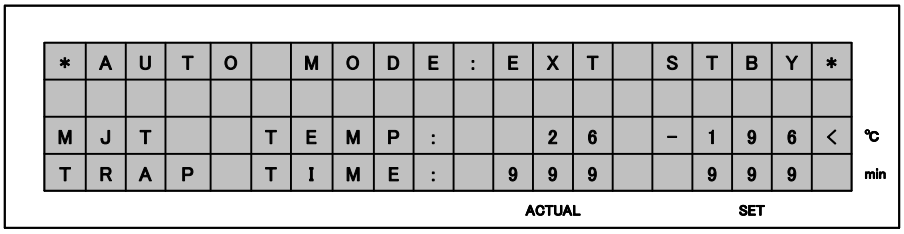


Fig. 4.5.3 自動制御モード EX（本装置単独で制御するモード）

⑤ 表示部右端に現在選択されている制御モード”CNTL FRM PY：PY”にカーソル“＜”が表示されています。””▼”キーを使用して、”CNTL EXT INST：EXT”にカーソルを合わせて”ENT”キーを押します（Fig.4.5.4）。

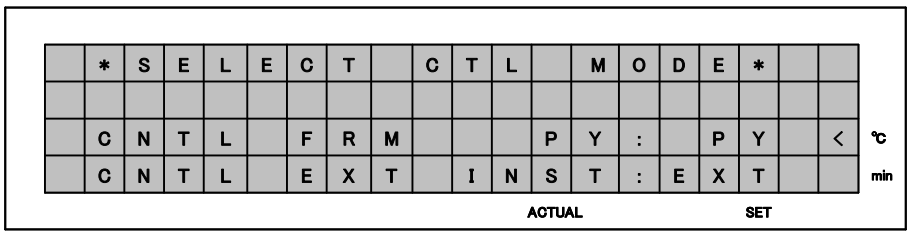


Fig. 4.5.4 自動制御モード選択画面

⑥ “ESC”キーを押すか、10 秒間キー操作がない場合は、Fig. 4.5.3 の表示になり、本装置単独で GC 及び試料導入装置と連携することができます。ただし、この状態はスタンバイの状態（“EXT STBY”）で制御は開始されません。

⑦ 冷却温度の閾値を設定します。“MJT TEMP”に冷却温度の閾値を設定します。ここで設定された温度を閾値として、GC 及び試料導入装置と本装置間の信号の授受を行います。

1. カーソル”<”が MJT TEMP”にあることを確認し、”▼”又は”▲”キーで値を変更します。押し続けると早送りできます。
2. “ENT”キーで値を決定します。同時にカーソルが”TRAP TIME”に移動します。

⑧ “TRAP TIME”を設定します。試料を GC に導入した（試料導入装置が GC START 信号を出した）後、GC がスタートするまでの遅延時間を設定します。この遅延時間中は冷却が継続されます。設定の方法は”MJT TEMP”の設定と同じ方法で行います。

⑨ “RUN/STBY”キーを押すと制御が開始されます。Fig. 4.5.5 に示すように、”EXT RUN”と表示されます。

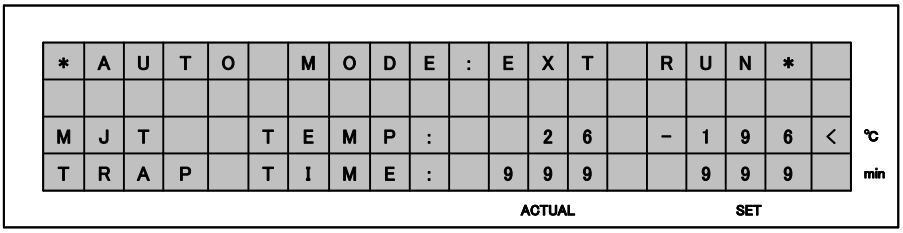


Fig. 4.5.5 制御実行中の表示

注意

複数の試料を連続して分析する場合は、その最後の試料分析が終了した後は、GC 又は GC/MS が READY 状態にならないようにシーケンス（バッチ）テーブルを作成してください。本機は GC READY 信号を受けると冷却を開始するので、窒素ガス及び液体窒素を浪費することになります。 本機には MJT READY 状態になった後、60 分以内に試料導入装置から“GC START”信号を受けない時は、冷却を停止し、STBY 状態で待機する機能が装備されています。

4.6 パイロライザーまたはマイクロリアクターと使用する場合

パイロライザーまたはマイクロリアクターと組み合わせて使用する場合は、Fig. 4.5.2 に示すように、“AUTO MODE: PY”の制御モードで使用します。この場合には、“MJT TEMP”と“TRAP TIME”の設定はパイロライザーまたはマイクロリアクターの制御ソフトウェアーで行います。制御ソフトウェアーの操作方法は、各装置の操作説明書をご参照ください。

4.7 キースイッチの機能と表示

以下にキースイッチの役割及び使用方法を記します。

4.7.1 初期化画面

電源を入れるとイニシャライズ、自己診断を行います。10 秒間表示した後、モードスイッチの位置が"AUTO”のときは最終設定の制御モード表示 2（Fig. 4.7.2）又は 3（Fig. 4.7.3）の表示となります。パネルスイッチの位置が"ON"又は"OFF"の時は、4 又は 5 の表示となります。

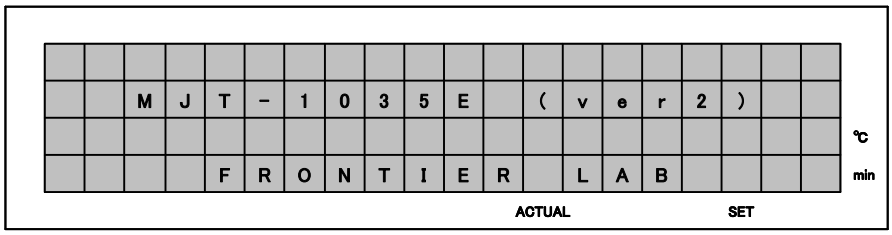


Fig. 4.7.1 電源投入時の表示（約 10 秒表示）

4.7.2 制御モード表示その1 ”AUTO MODE PY”

制御モード切替えスイッチで"AUTO"を選択すると表示（先に選択していたモードを表示）します。弊社パイロライザーと組み合わせて使用するときに使用するモードです。このモードでは温度モニターをはじめ本装置での制御はできません。

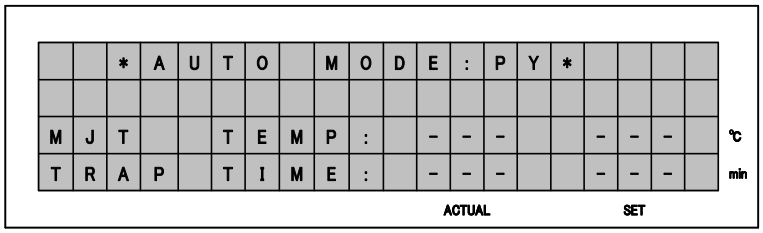


Fig. 4.7.2 自動制御モード PY（パイロライザーで制御するモード）

4.7.3 制御モード表示その2 ”AUTO MODE EXT STBY”

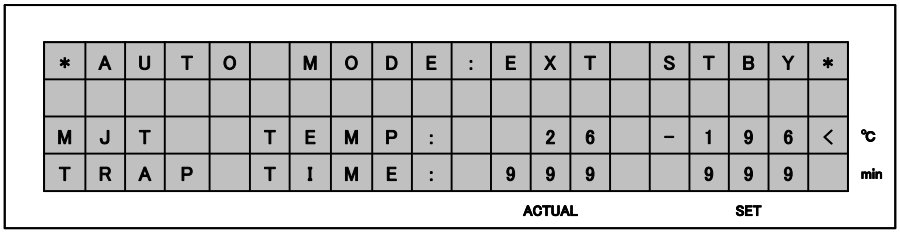
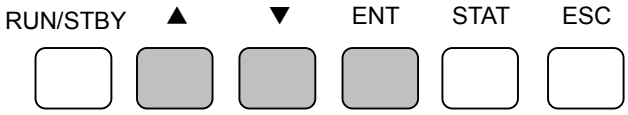


Fig. 4.7.3 自動制御モード EX（本装置単独で制御するモード）



パネルスイッチで"AUTO"を選択した時に表示（先に選択していたモードを表示します）。パイロライザーを使用せずに、他の試料導入装置及び GC と連携して使用するときの制御モードです。

"STBY"が初期設定。STBY では GC READY 信号を受けても無視します(制御開始しませんし、STATUS 表示では“GC NOT RDY"のままです)。

数値の設定は▲▼で行います。"ENT"で決定すると同時にカーソル（<）が移動します。

4.7.4 制御モード表示その3 ”AUTO MODE EXT RUN”

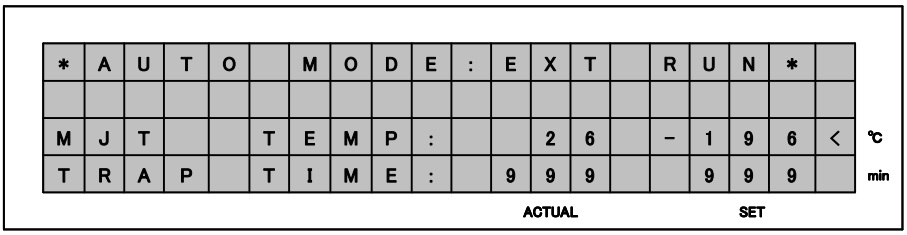
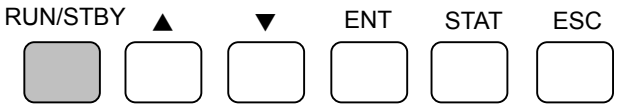


Fig. 4.7.4 制御実行中の表示



RUN/STBY キーを押して制御を開始します。RUN/STBY キーを押すたびに、"RUN" "STBY"が切り替わります。

温度、時間ともに、RUN 中でも数値設定変更できます。TRAP TIME は残時間（ACTUAL）より短い時間設定した場合、入力はキャンセルされます。TRAP TIME ACTURAL 表示はカウントダウンし。カウントダウン中は点滅し、GC START 信号を出すと同時にセット時間にリセットする。

4.7.5 AUTO制御モード選択表示

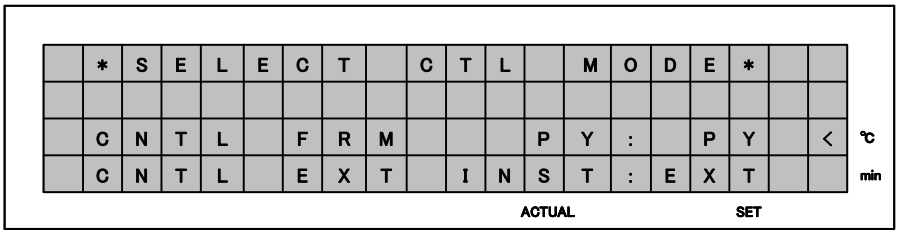
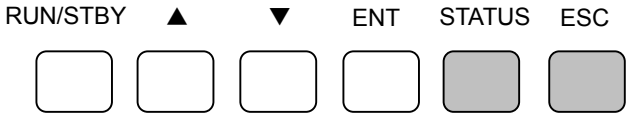


Fig. 4.7.5 自動制御モード選択画面



AUTO 制御モードを変更する画面です。AUTO 制御モード表示 2（"PY"）又は 3（"EXT"）画面で"ESC"を押した状態で"STATUS"を 3 秒以上押すと変更画面が表示されます。先に選択していたモードの位置にカーソルがあります。▲▼で希望するモードに移動し ENT で決定し、変更画面を抜けて設定した制御モードの表示になります。"ESC"を押すと選択をキャンセルして先に設定していた制御モードの表示になります。

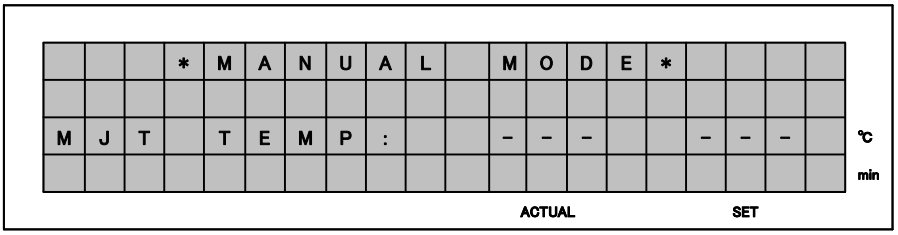


Fig. 4.7.6 マニュアル制御モード時の表示
（自動制御モードが PY に設定されている場合）

4.7.6 制御モード表示その4 ”MANUAL” （PYに接続時）

AUTO 制御モードが”PY”に設定されている状態で、制御モードスイッチが”ON"又は”OFF"の場合にこの表示になります。“ON”の時には冷却が開始され、”OFF”にすると冷却を停止します。温度のモニターはパイロライザー側で行います。

4.7.7 制御モード表示その5 ”MANUAL” EXTデバイスに接続時

AUTO 制御モードが”EXT”に設定されている状態で、制御モードスイッチが”ON"又は”OFF"の場合にこの表示になります。 “ON”の時には冷却が開始され、”OFF”にすると冷却を停止します。温度のモニターは本装置で行います。温度の設定はできません。

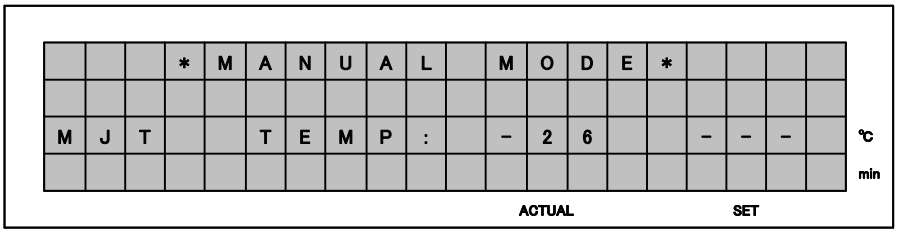


Fig.4.7.7 マニュアル制御モード時の表示
（自動制御モードがEXTに設定されている場合）

4.7.8 STATUS表示その1 “GC NOT READY”

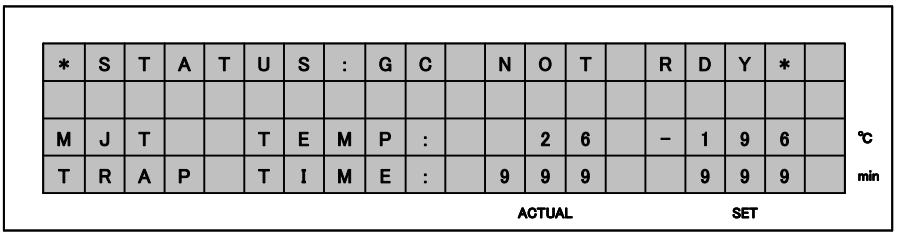
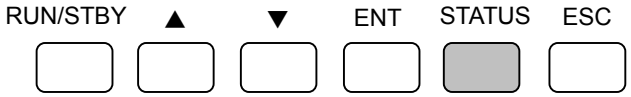


Fig. 4.7.8 STATUS の表示
（GC からの READ 信号待ち）



”STATUS”キーを押すと表示します。”GC NOT READY”は GC からの READY 信号待ちの状態です。ただし、本装置が STBY 状態では GC の状態をモニターしないので、GC READY 状態でも”GC NOT READY”と表示したままになります。

”ACTUAL“は実測温度を、”SET”は設定値を表示します。この画面での設定はできません。

“STATUS”表示画面では”RUN/STBY”キーは機能しません。

4.7.9 STATUS表示その2 “MJT NOT READY”

”MJT NOT READY”は冷却温度が設定の温度に到達していないか到達していてもプリセットされている安定時間が経過していない状態を示します。

”ACTUAL“は実測温度を、”SET”は設定値を表示します。この画面での設定はできません。

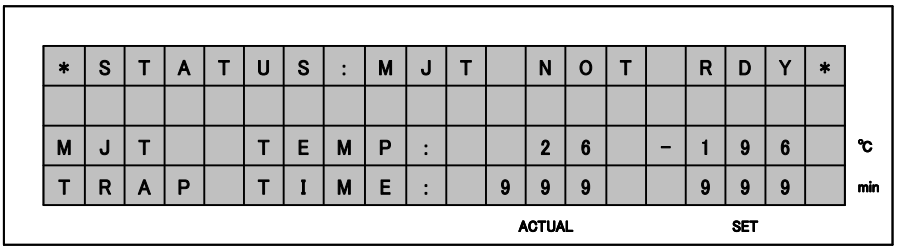


Fig. 4.7.9 STATUS の表示（冷却温度が設定値に到達していない）

4.7.10 STATUS表示その3 “MJT READY”

冷却目標温度に達し、プリセットされた安定時間が経過すると表示し、MJT READY 信号を出します。

”ACTUAL“は実測温度を、”SET”は設定値を表示します。この画面での設定はできません。

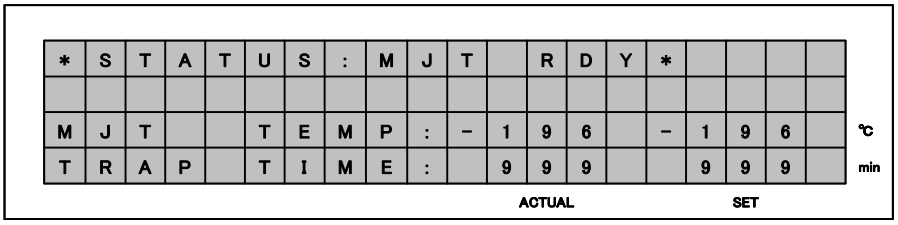


Fig. 4.7.10 STATUS の表示（冷却温度に到達した）

4.7.11 STATUS表示その4 “CLD TRAPPING”

試料導入装置から GC START 信号を受けると、設定したとラッピング時間のカウントダウンを開始します。

この画面での設定はできません。

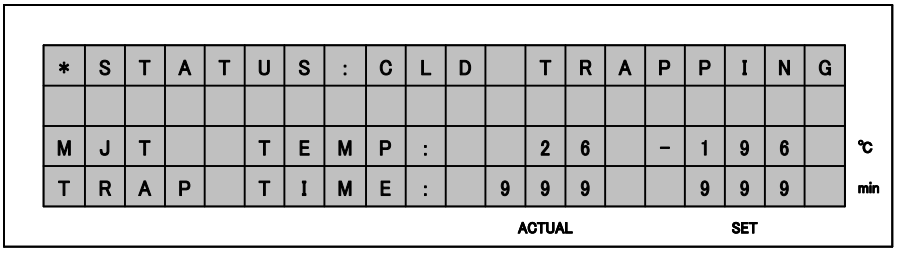


Fig. 4.7.11 STATUS の表示（トラッピングタイムカウントダウン中）

4.7.12 ERROR 表示その1 “MJT SENSOR” ERROR

センサー信号の異常（信号ケーブルの断線、センサー接続忘れ、制御回路不良など）を検知して点滅表示をします、問題が解消されるまで表示します。問題が解消されたら制御モード表示に戻ります。
電源を切るとリセットされます。問題が解消されていない場合は再度エラーが表示されます。

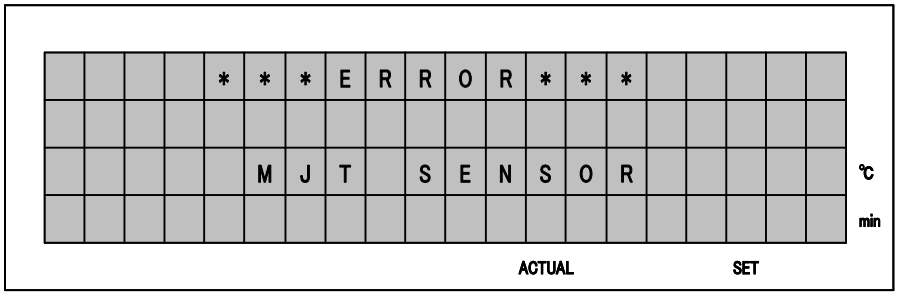


Fig. 4.7.12 エラーメッセージ表示
（センサー信号の異常）

4.7.13 ERROR 表示その2 “COOLING” ERROR

冷却開始から 5 分経過しても設定温度以下に達しない時又は、一旦設定温度以下に下がり、プリセットされた安定時間経過後再び設定温度より 10ºC 以上高くなった場合（液体窒素の残量が少ない、窒素ガス流量が少ない時など）に点滅表示をします。電源を切るとリセットされます。問題が解消されていない場合は再度エラーが表示されます。

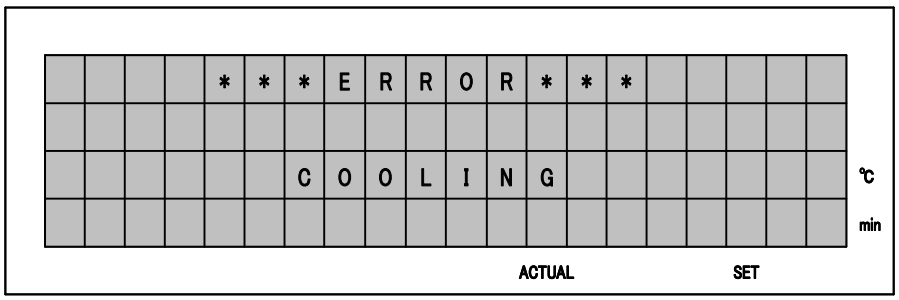


Fig. 4.7.13 エラーメッセージ表示
（設定温度まで冷却できない）

4.7.14 温度校正モードの表示

本装置に接続する温度センサーを校正するときに使用します。"RUN/STBY"キーを押したまま電源スイッチを入れると表示されます。SET の初期値は"0"です。これは温度センサーが校正されていないことを示します。その位置にカーソルが位置し変更が可能です。

ACTUAL は使用する温度センサーによる液体窒素温度を表示します。校正値としてこの温度を SET に入力して、温度センサーを校正します。数値は"▲"、"▼"で変更します。"ENT"で決定すると表示温度が補正され、ACTUAL は-196ºC と表示します。

SET の値"0"は特別な意味を持ち、補正をキャンセルします。"ESC"キーを押すと Fig. 4.5.1 の初期化表示になり電源を入れた時と同じ動きをします。

一度校正するとその値は SET に表示されます。校正方法については 3.7 項をご参照ください。

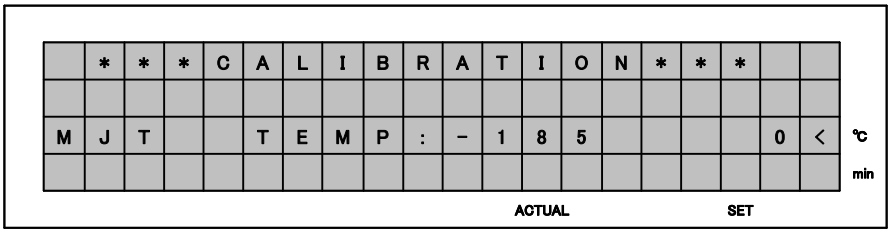
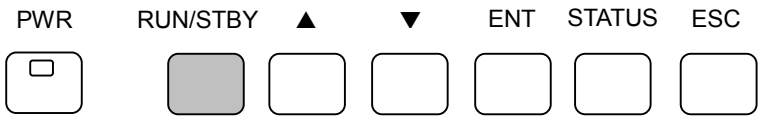


Fig. 4.7.14 温度補正の表示



第5章 性能確認

5.1 流量の確認

コントローラーに接続した窒素ボンベの圧力調整器の二次圧力を 600 kPa に設定してください。

電源スイッチを ON にしてください（Fig. 1.2.4）。

コントローラーのストップコックを開けてください（Fig. 1.2.4）。

熱交換コイルを室温に保った状態で、コントローラーの制御モード切換えスイッチを ON にしてください。

このときにコントローラーの圧力計を 340 kPa に合わせてください。

5.2 冷却温度の確認

窒素ガスを流しながら熱交換コイルを液体窒素の入った液体窒素用容器にゆっくり挿入してください。

約 3 分以内に-180ºC 以下に冷却されることを確認してください。

5.3 トラップ効果の確認

制御モード切換えスイッチを COOLING OFF にします。

カラムを GC に接続し、GC オーブン温度を 40ºC に設定してください。その他の注入口や検出器の温度などの条件は、通常使用している一般的な条件に設定してください。

タバコ点火用の簡易ライター等のブタンガスを 10 μL の通常のマイクロシリンジで約 2 μL 採取し、GC 注入口へ注入してください。

ブタンのピークが検出されることを確認してください（Fig. 5.1 A）。

コントローラーの制御モード切換えスイッチを ON にし、冷却を開始してください。

冷却温度が約-180ºC 以下に達しましたら（冷却開始から 2～3 分程度）、同様にブタンを約 2 μL 注入してください。

上記④で確認したブタンの溶出時間に、それらが検出されないことを確認してください。

3 分後に制御モード切換えスイッチを OFF にし、冷却を停止してください。その後、トラップされていたブタン等が検出されることを確認してください（Fig. 5.3.1）。

以上で性能の確認は終了です。異常が認められた場合には、第 6 章の故障対策をご参照ください。

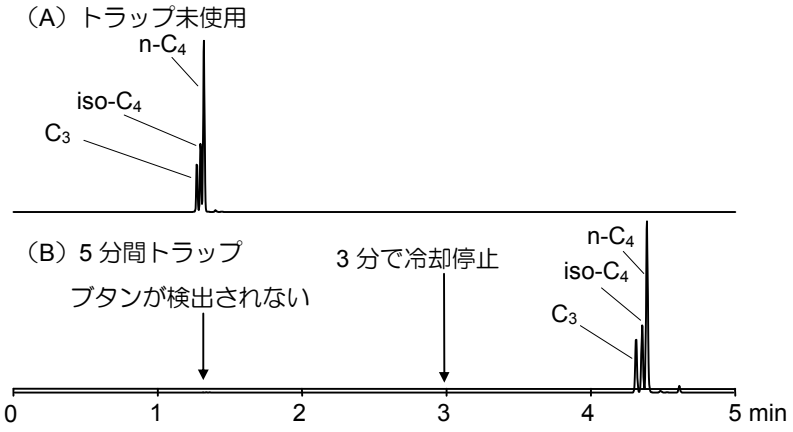


Fig. 5.3.1 ブタンガスを用いたトラップ効果の確認

分離カラム：Ultra ALLOY-5^{+}（5%ジフェニルポリシロキサン, 長さ：30 m, 内径：0.25 mm, 膜厚：0.25 μm）
GC オーブン温度：40ºC, 注入口温度：250ºC, 検出器：水素炎イオン化検出器（FID）300ºC
カラム流量：1 ml/min, キャリヤーガス総流量：60 ml/min

第6章 不具合対策

以下に予想される現象とその原因ならびにその対策を示します

現象	原因	対策
1. 全く冷却が行われない。	電源ケーブルが接続されていない。	電源ケーブルが接続されているか確認してください。
	電源スイッチが入っていない。	POWER スイッチを”ON”にして、電源ランプが点灯することを確認します。点灯しない場合は、ノンヒューズブレーカーを点検してください。ブレーカーが落ちている場合はブレーカーのボタンを押すと復帰します。
	液体窒素がない。熱交換コイルが液体窒素に浸漬されていない。	熱交換コイルが十分に液体窒素に浸漬されていることを確認します。
2. -180ºC まで冷却されない。	窒素ガスの流量が足りない。 冷却する目標温度によって窒素ガス流量を調整する必要があります（4.2 項参照）。	-180ºC 以下に冷却する場合には、窒素ガス流量を 7 L/min 流す必要があります。この場合、冷却中は 280～320 kPa の圧力を指示します。窒素ガスが流れていない状態で熱交換コイルを液体窒素に浸漬した場合、熱交換部のパイプ内が逆流した空気中の水分の氷結により詰まります（この場合コントローラー部の圧力計が 500 kPa 以上を示します）。熱交換コイルを液体窒素から取り出し、窒素ガスを流して約５分間室温で放置します。 窒素ボンベの圧力調整器が 7 L/min の流量に対応していない場合にも流量が不足することがあります。この場合は、圧力調整器を交換する必要があります。
	窒素ガスが漏れている。	各接続部がしっかりと接続されていることを確認してください。
	液体窒素が足りない。	本装置が正常に作動するためには、熱交換コイルが 5 cm 以上液体窒素に浸漬している必要があります。オプション容器のシーベル 10 では 2 L 以上の液体窒素が必要となります。液体窒素を補充してください。
	オーブン温度が高い。	カラムオーブンの初期温度は 50ºC 以下でご使用ください。
	室温が高い	本装置は 30ºC 以下の環境下でご使用ください。
3. コントローラーの圧力計が 500 kPa 以上の高い値を示す。	熱交換コイル又は液体窒素導入チューブが詰まっている。	上記 2.a.を参照ください。
4. 本装置で GC 及び試料導入装置と連携した自動分析ができない。	制御モードが ”AUTO EX” になっていない。	制御モード切替スイッチを”AUTO”にし、制御モードを”AUTO EX”に設定する。4.5 項をご参照ください。
	接続ケーブルが接続されていない。	3.6.2 項をご参照ください。
	GC と試料導入装置の制御が PC から直接行われている。	GC 及び資料導入装置の READY 及び START 信号は本装置を経由して相互に授受する必要があります。

5. パイロライザーの温度コントローラーから制御できない。	信号ケーブルが接続されていない。	信号ケーブルを接続します。3.6.1 項をご参照ください。
	制御モードが”AUTO PY”になっていない。	制御モード切換えスイッチを”AUTO”の位置にし、制御モードを“AUTO PY”に設定する。4.6 項をご参照ください。
	パイロライザーの制御ソフトウェアの Cryo Trap の制御設定が自動制御になっていない。	本マニュアル 4.6.2 又は 4.6.3 項を参照ください。
6. ピーク形状がブロードになる。または、ピークが割れる。	十分に冷却されていない。	窒素ガスの流量が足りない。または、液体窒素が足りない。 上記 2.を参照ください。
	カラムの冷却部分が氷結している。	窒素ガスの流量が足りない。上記 2.を参照ください。 氷結防止金具が取り付けられていない。
7. ブタンがトラップされない。	十分冷却されていない。	冷却温度が-180ºC 以下になっているか確認します。 -180ºC 以下まで冷却されない場合は、上記 2.を参照してください。

第7章 交換部品表

以下の交換部品をご注文の場合は、弊社販売代理店にご用命ください。

部品名称	部品番号	個数	備考
液体窒素導入チューブ固定板（Agilent 7890/6890 用）	MJ1-1201	1	Agilent 7890/6890 への取り付け用
液体窒素導入チューブ固定板（島津 GC-17A, GC-2010 用）	MJ1-1204	1	島津 GC-17A, GC-2010 への取り付け用
液体窒素導入チューブ固定板（サーモフィッシャーTrace GC 用）	MJ1-1207	1	サーモフィッシャーTrace GC への取り付け用
液体窒素導入チューブ固定板（パーキンエルマーClarus GC 用）	MJ1-1209	1	パーキンエルマーClarus GC への取り付け用
液体窒素導入チューブ Ex	MJ1-1303	1	冷却先端部と一体化
熱交換コイル 2 L	MJ1-1305	1	液体窒素に浸漬する熱交換コイル（2 L 容器用）
熱交換コイル 10 L	MJ1-1304	1	ジェック東理社製液体窒素容器 CEBEL10、20 専用
マイクロジェットチューブ	MJ1-1111	1	石英製
氷結防止金具	MJ1-1121	2	マイクロジェットチューブに取り付けて使用
マイクロジェットチューブ固定キット	MJ1-K300	1	マイクロジェットチューブの取り付けに使用
グラファイトフェラル	MJ1-7941	5	マイクロジェットチューブ取り付け用
MS トラップ管	MJ1-5501	1	窒素ガス中の水分を取り除くために窒素ガス配管に挿入
MJT 制御ケーブル	MJ1-4201	1	窒素ガス及びセンサー信号ケーブル
MJT 信号ケーブル	MJ1-4202	1	バルブの制御用
オートサンプラー接続ケーブル G	MJ1-4301	1	汎用接続ケーブル（末端未処理）
オートサンプラー接続ケーブル CTC	MJ1-4302	1	CTC COMBI PAL 用接続ケーブル
オートサンプラー接続ケーブル J	MJ1-4303	1	日本電子製ヘッドスペースサンプラー（12031）用接続ケーブル

第8章 技術情報

8.1 GC 及び試料導入装置との接続について

本装置を使用して GC 及び試料導入装置と連携して自動分析を行う場合は、Fig. 8.1.1 に示すように、試料導入装置（Auto Sampler）と GC は本装置を経由して相互に信号を授受する必要があります。従って、GC と Auto Sampler がそれぞれ制御ソフトウェアで制御され、Fig. 8.1.1 に示すような信号の授受ができないシステムにおいては本装置の機能を使用しての自動分析を行うことができません。本装置付属のリモート信号接続コネクターには Fig. 8.1.2 に示すように各装置と接続します（GC READY 信号は正論理の場合を示す。8.1.1 参照）。

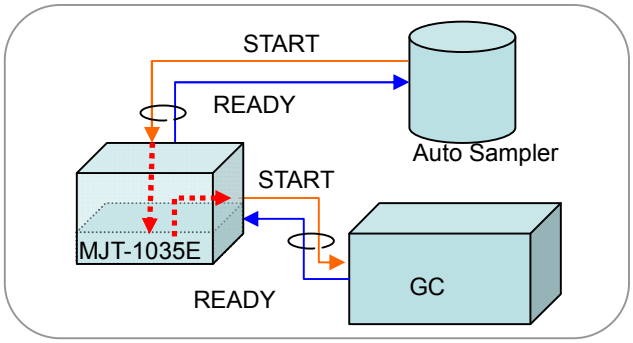


Fig. 8.1.1 装置相互間の信号ケーブルの接続

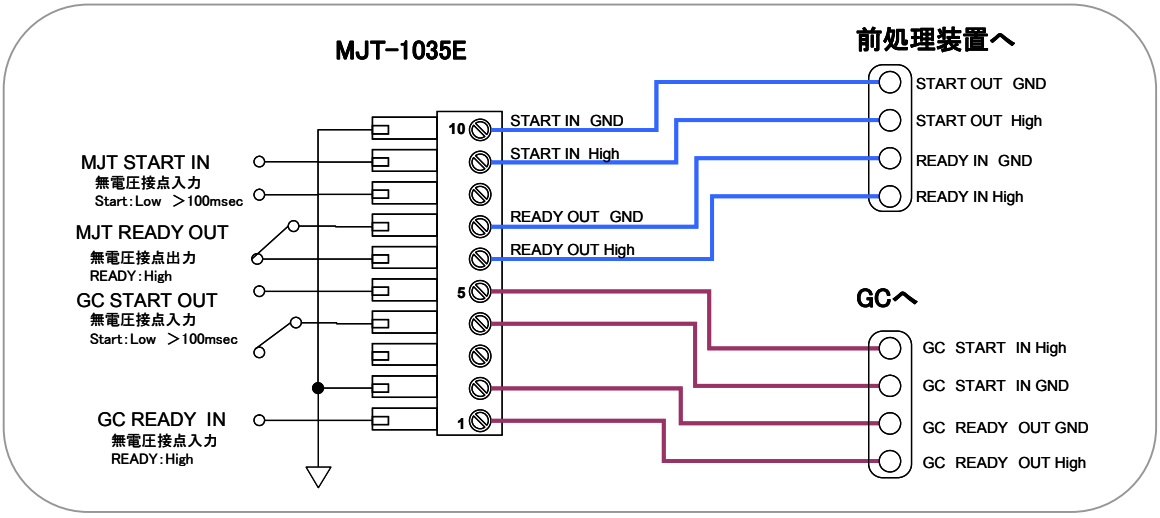


Fig. 8.1.2 リモート信号接続コネクターと各装置の接続

8.1.1 GC READY信号の接続

本装置は GC が出力する GC READY 信号の極性に対して正論理（GC READY 状態になった時 TTL レベルが High になる）と負論理（GC READY 状態になった時 TTL レベルが Low になる）の両方に対応できます。同様に試料導入装置に対してもいずれの極性でも READY 信号を出力できます。

① GC READY 信号の極性変更

コントローラーの制御用基板上のディップスイッチ（DSW1）の 4 で設定します。変更した場合は、本装置の電源を入れなおす必要があります。

DSW1-4　　OFF　負論理

DSW1-4　　ON　 正論理

本装置のリモート信号接続コネクター側は 1 番ピンが High、2 番ピンが Low（GND）です（Fig. 8.1.2 参照）。

② 試料導入装置に接続する READY 信号の極性変更

試料導入装置に接続するリモート信号ケーブルを以下の通りに接続します。本装置の電源を入れなおす必要はありません。

正論理で出力したい場合：ピン 6 に”READY HIGH”、ピン 7 に”READY LOW”

負論理で出力したい場合：ピン 8 に”READY HIGH”、ピン 7 に”READY LOW”

8.1.2 GCスタート信号の接続

① 試料導入装置が出力する GC START 信号の接続

ケーブルを本装置リモート信号接続コネクターの 9、10 番ピンに接続します。オープンコレクター方式の場合は、GND 側を 10 番ピンに接続します。機械式リレー出力の場合は極性を問いません。GC へのスタート信号は本装置のリモート信号接続コネクターの 4、5 番ピンに接続します。信号は機械式リレーを瞬間的に（500 μsec 以上）閉状態にする仕様です。

8.1.3 標準付属リモート信号ケーブルについて

① GC 用リモート信号ケーブル

各社 GC のリモート信号ケーブルが標準で付属します。

下表の通り、発注部品番号で仕様が指定されます。

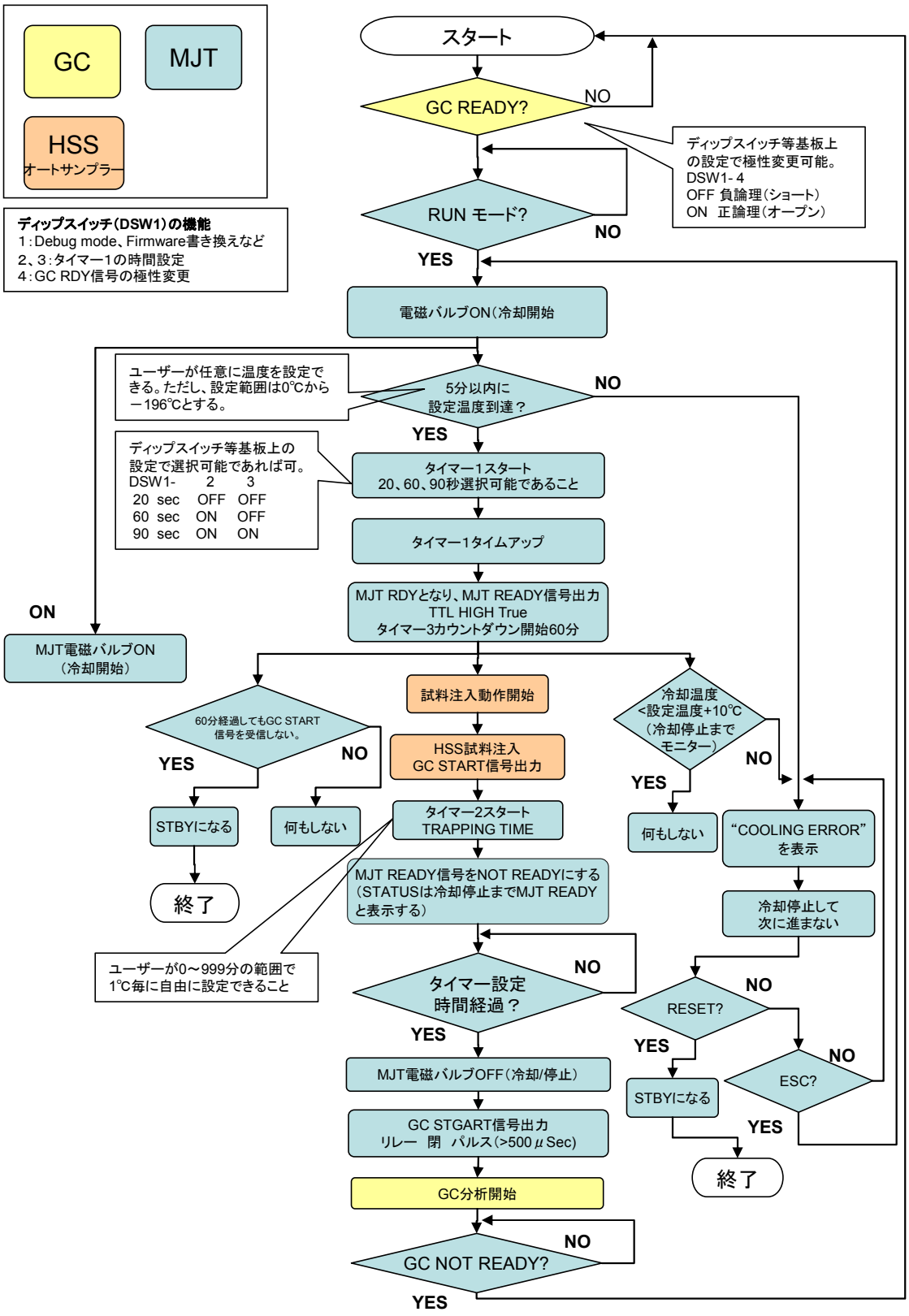
発注部品番号	付属する GC 用リモート信号ケーブル仕様
PY-1035E-S20	島津 GC-2010、GC-17 用
PY-1035E-S38	Varian CP-3800 用, GC450 用
PY-1035E-S78	Agilent 7890/6890 GC 用
PY-1035E-S80	Perkin Elmer Clarus GC 用
PY-1035E-S90	Thermo Fisher Trace GC 用

② 試料導入装置用リモート信号ケーブル

試料導入装置側は未処理のケーブルが標準付属します。使用する試料導入装置に適合するコネクター等を取り付けてご使用ください。下表のケーブルはオプションでご購入いただくことができます。

試料導入装置名	部品番号	仕様概要	接続ポート
CTC COMBI PAL	MJ1-4302	D-sub 15 pin オス Pin3：START H (SW-Out１) Pin4：START L (SW Out1 COM) Pin7：READY　H (TTL In1High) Pin8：READY L (GND)	INTERFACE1
日本電子ヘッドスペースオートサンプラー（12031 HSA）	MJ1-4303	D-sub 9 pin オス Pin1：START/READY L Pin3：START H Pin7：READY　H	
汎用	MJ1-4301	オートサンプラー側未処理	

8.2 AUTO EXT モードにおける制御フローチャート



8.3 タイマーの働き

8.3.1 タイマー1 （冷却温度安定時間を設定します）

働き

冷却温度が設定温度以下になって MJT READY 信号を出力するまでの時間を設定します。これは一旦設定温度以下になっても冷却開始直後は再び設定温度以上に温度が上がることがあるために、安定して設定温度以下に冷却される安定時間が必要なためです。工場設定は 60 秒に設定しています。

設定値の変更（8.5 参照）

タイマー1 は 20 秒、60 秒、90 秒のいずれかに制御基板上のディップスイッチ(DSW1)の 2、3 番スイッチで設定します。設定は電源投入時の初期化の段階で有効になります。

設定時間	20 秒	60 秒	90 秒
DSW1-2	OFF	ON	ON
DSW1-3	OFF	OFF	ON

8.3.2 タイマー2 （トラップ時間を設定します。）

① 働き

試料導入装置が試料を導入して（本機が試料導入装置から START 信号をうけてから）冷却を停止するまでの時間を設定します。設定時間を経過すると冷却を停止すると同時に GC にスタート信号を送ります。

設定の変更

流量制御器のキースイッチで 0 分から 999 分まで、1 分単位で任意に設定することができます。

8.3.3 タイマー3

① 働き

MJT READY 信号を試料導入装置に送った後、60 分以内に試料導入装置から GC START 信号を受信しない時に冷却を停止し、”STBY”の状態で待機するように働きます。これは、自動分析で最後の試料を分析した後、GC が READY 状態で待機する場合、本装置は冷却を開始するため、窒素ガス及び液体窒素の浪費を抑制するための機能です。

設定値の変更

60 分の固定のみで、設定値の変更はできません。

8.4 ファームウェアの書き換え方法

本装置のファームウェアの更新が必要な場合は、原則として弊社工場又は弊社サービス拠点において更新することが可能です。

8.4.1 準備するもの

① RS-232C インターフェース付 PC

② 更新用ソフトウェア（Flash Development Tool）（PC に予めインストールしておきます）。

③ 書き換え専用ケーブル

④ 更新用ファームウェアのファイル

8.4.2 更新方法

① 本装置の電源を切ります。

② 制御ボード上のディップスイッチ”DPSW-1”の”1”を”ON”にします（8.5 参照）。

③ 本装置の制御ボード上のコネクター”CN10”と PC の RS-232C インターフェースポートを“書き換え専用ケーブル”で接続します。

④ 本装置の電源を入れます。

⑤ ファームウェア更新用ファイルを適当なフォルダーにコピーします。

⑥ 更新用ソフトウェア（Flash Development Tool）を起動します。

⑦ 起動したソフトウェア上で”Download File”のラジオボタンを”ON”にし、“User / Data Area”にチェックを入れ、更新用ファイルを指定します。

⑧ “スタート”をクリックすると更新が開始され、更新が完了するとその旨が表示されます。

⑨ 更新用ソフトウェアを終了します。

⑩ 本装置の電源を切り、ケーブルをはずしディップスイッチ“DPSW-1”の”1”を”OFF”にします。

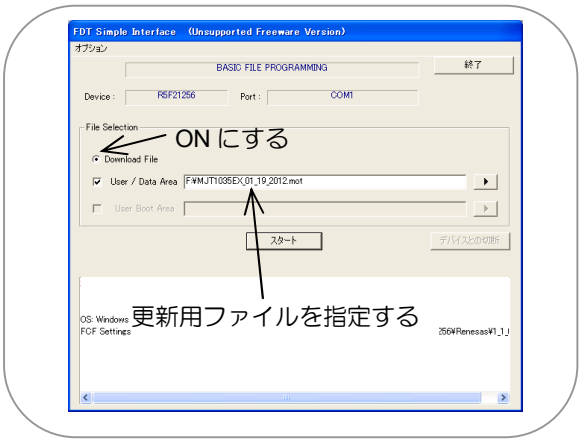


Fig. 8.4.1 Flash Development Tool の起動画面

8.5 ディップスイッチ

ディップスイッチ（DPSW1）の位置と役割を以下に示します。

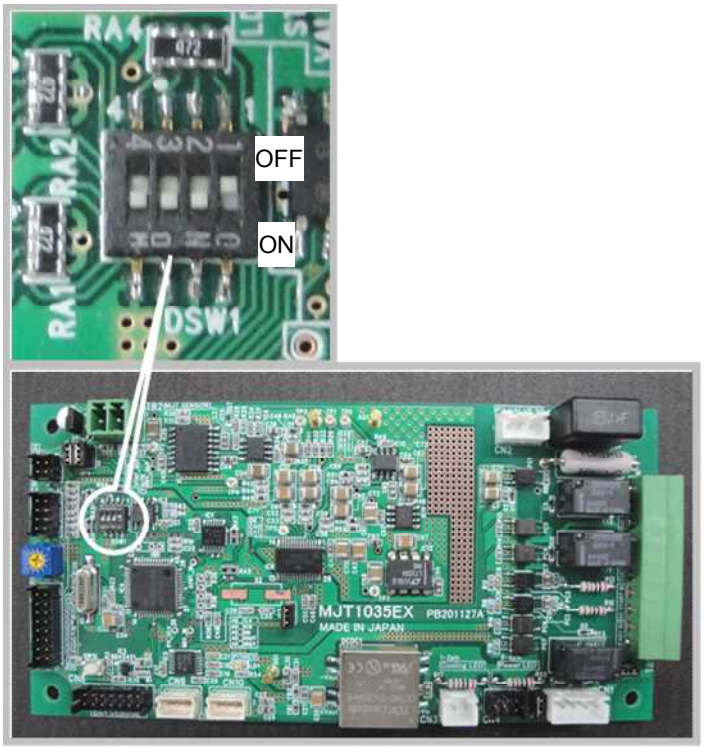


Fig.8.5.1 ディップスイッチ１（DPSW1）の位置

スイッチ番号	役割
1	ファームウェア書き換え （8.4 項参照）
2-3	タイマー1 の時間設定 （8.3.1 項参照）
4	GC READY 信号の極性設定 （8.1.1.1 項参照）